# Agilent 6100 シリーズ 四重極 LC/MS システム

## コンセプトガイド

Agilent Technologies

# 注意

© Agilent Technologies, Inc. 2009

米国および国際的な著作権法に準拠して、本取扱説明書のいかなる部分も、いかなる種類または手段 ( 電子記憶装置および修正または外国語への翻訳を含む ) でも、Agilent Technologies, Inc. の事前の合意および書面での同意なしに複製してはならない。

## マニュアル番号

G1960-96052

## エディション

第 2 版、2009 年 8 月

印刷場所 : USA

Agilent Technologies, Inc.
5301 Stevens Creek Blvd.
Santa Clara, CA 95051

Microsoft は、Microsoft Corporation の米国の登録商標です。

## ソフトウェアリビジョン

このガイドは、Agilent 6100 シリーズ四重極 LC/MS システム用の Agilent ChemStation ソフトウェアの B.04.02 以降のバージョンに対し、このガイドが新しいバージョンに替わるまで有効です。

このガイドに関するご意見がございましたら、feedback_lcms@agilent.com に電子メールをお送りください。

## 保証

**本マニュアルに含まれる内容は「現状のまま」提供されるもので、将来のエディションにおいて予告なく変更されることがあります。また、Agilent は、適用される法律によって最大限に許可される範囲において、本マニュアルおよびそれに含まれる情報の商品性および特定の目的に対する適合性に関する黙示の保証を含めて（ただしそれだけには限定されない）、いかなる明示または黙示の保証も行いません。Agilent は、本マニュアルまたはそれに含まれる情報の所有、使用、または実行に付随する過誤、または偶然的または間接的な損害に対する責任を一切負わないものとします。Agilent とお客様の間に書面による別の契約があり、本マニュアルの内容に対する保証条項が同文書の条項と矛盾する場合は、別の契約の保証条項が適用されます。**

## 技術ライセンス

このマニュアルで説明されているハードウェアおよびソフトウェアはライセンスに基づいて提供され、そのライセンスの条項に従って使用またはコピーできます。

## 安全に関する注意

**注意**

**注意**は、危険を表します。これは、正しく実行しなかったり、指示を順守しないと、製品の損害または重要なデータの損失にいたるおそれがある操作手順や行為に対する注意を喚起します。指示された条件を十分に理解し、条件が満たされるまで、**注意**を無視して先に進んではなりません。

**警告**

**警告は、危険を表します。これは、正しく実行しなかったり、指示を順守しないと、人身への傷害または死亡にいたるおそれがある操作手順や行為に対する注意を喚起します。指示された条件を十分に理解し、条件が満たされるまで、警告を無視して先に進んではなりません。**

# このガイドの内容

コンセプトガイドでは、Agilent 6100 シリーズ 四重極 LC/MS システムの概要を示し、ハードウェアとソフトウェアがどのように機能するかを理解する手助けをします。

このガイドに関するご意見がございましたら、feedback_lcms@agilent.com に電子メールをお送りください。

## 1 概要

Agilent 6100 シリーズ 四重極 LC/MS システムでハードウェアがどのように機能するかを学習し、ChemStation ソフトウェアの簡単な紹介をします。

## 2 機器の準備

分析のための LC とカラムの準備と MS のチューンに必要なコンセプトを学習します。

## 3 データ取り込み

メソッドの設定とサンプルの分析に関して学習します。

## 4 データ解析

ChemStation ソフトウェアを使用して定性および定量データを解析するのに必要なコンセプトを学習します。

## 5 レポート

定義済み結果レポートとカスタムレポートの設定について学習します。

## 6 性能確認

ChemStation を使用した運転時適格性評価 / 性能確認 (OQ/PV) とシステムベリフィケーションに関するコンセプトを学習します。

## 7 メンテナンスとトラブルシューティング

ChemStation ソフトウェアで提供されている、システムの保守と問題の診断 / 解決に役立つツールについて学習します。

# Contents


1 ハードウェアとソフトウェアの概要 9

Agilent 四重極 LC/MS システムはどのように機能するか 10

概要 10

詳細 11

取り込み可能なデータのタイプ 15

スキャン選択イオンモニタリング (SIM) 15

フラグメントイオンの生成:低対高フラグメンタ 16

ポジティブ対ネガティブイオン 18

マルチシグナルの取り込み 19

イオン源 21

エレクトロスプレーイオン化 (ESI) 21

大気圧化学イオン化 (APCI) 26

大気圧光イオン化 (APPI) 28

マルチモードイオン化 (MMI) 29

ChemStation ソフトウェアの概要 30

概要 30

データを遠隔で確認する 32

2 機器の準備 33

LC システムの準備 34

目的 34

作業のサマリ 34

LC モジュールのパラメータを設定する 36

カラムコンディショニングと平衡化 37

流量と圧力の安定性モニタリング 39

MS の準備 - チューニング 40
概要 40
チューン方法 42
チューニング時期 - チェックチューン 43
オートチューン 45
マニュアルチューニング 47
チューンレポート 49
ゲインキャリブレーション 50

3 データ取り込み 53

メソッドの使用 54
[ メソッド & ランコントロール ] ビュー 54
メソッドの読み込み、編集、保存 56
メソッドの編集に関する詳細 57

サンプルを分析する 60
シングルサンプルを分析する 61
シーケンスを実行する 62
フローインジェクションアナリシス 65

分析をモニタリングする 68
オンラインシグナルプロット 68
クイックメソッドの概要 69
ログブック 69

機器シャットダウン 71

4 データ解析 73

[ データ解析 ] ビュー 74

クロマトグラムの読み込みと処理 76
シグナルを読み込む 77
クロマトグラム表示からシグナルを削除する 81
クロマトグラムの表示方法を変更する 81

スペクトルの使用 83

スペクトルを表示する 84
ピーク純度 85
定量を実行する 86
ピークを積分する 86
キャリブレーション 88
データレビューとシーケンス再解析 90
ナビゲーションテーブル 90
バッチレビュー 90

5 レポート 93
定義済みレポートを使用する 94
レポートを作成する 94
レポートスタイル 95
カスタムレポートを定義する 96
プロセスのサマリ 96
レポートテンプレート例 96
レポートレイアウトビュー 97

6 性能のベリフィケーション 99
ベリフィケーション (OQ/PV) ビュー 100
機器ベリフィケーション 101
機器ベリフィケーションの設定と実行 102
利用可能な OQ/PV テスト 104
ベリフィケーションログブック 105
システムベリフィケーション 106
概要 106
システムベリフィケーションの設定と実行 107

7 メンテナンスとトラブルシューティング 109
[ 診断 ] ビュー 110
概要 110

機器パネル 111
ログブック 113
メンテナンス 114
アーリーメンテナンスフィードバック 114
メンテナンスログブック 115
メンテナンス作業 115
MS のベントと真空排気 116
問題の診断と解決 117
現象と原因 117
MS の診断テスト 118
問題を解決する 118

# 1 ハードウェアとソフトウェアの概要

Agilent 四重極 LC/MS システムはどのように機能するか 10
概要 10
詳細 11
取り込み可能なデータのタイプ 15
スキャン選択イオンモニタリング (SIM) 15
フラグメントイオンの生成 : 低対高フラグメンタ 16
ポジティブ対ネガティブイオン 18
マルチシグナルの取り込み 19
イオン源 21
エレクトロスプレーイオン化 (ESI) 21
大気圧化学イオン化 (APCI) 26
大気圧光イオン化 (APPI) 28
マルチモードイオン化 (MMI) 29
ChemStation ソフトウェアの概要 30
概要 30
データを遠隔で確認する 32

この章では、Agilent 6100 シリーズ 四重極 LC/MS システムを構成するハードウェアとソフトウェアの概要を示します。このファミリは 4 つのシステム、6110、6120、6130、6140 で構成されます。

# Agilent 四重極 LC/MS システムはどのように機能するか

## 概要

質量分析 (MS) は、真空中を移動するイオンの分析に基づきます。その結果がマススペクトルで、サンプルの分子量、構造式、同定、定量、純度などの貴重な情報を提供します。MS は定性分析と定量分析の両方で特徴的な働きをします。

四重極マスアナライザは、四重極マスフィルタや四重極と呼ばれることがあります。

図 1 には、Agilent 6100 シリーズ 四重極 LC/MS システムのダイアグラムを示します。サンプルのイオン化は、左に示したイオン源の中で大気圧で起こります。Agilent 6100 シリーズ 四重極 LC/MS システムは、多くの Agilent 大気圧イオン化 (API) イオン源と互換性があります。

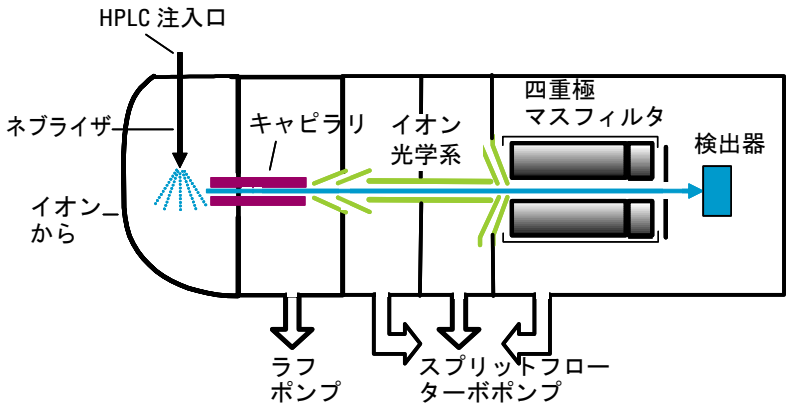



図 1　Agilent 四重極 LC/MS システムの構成図

API - 大気圧イオン化

一般的な大気圧サンプリングインタフェースは、これらのイオン源から質量分析計の真空システムにイオンを導入します。さまざまなイオン光学系エレメントは、イオンを分離する四重極マスアナライザに到達するまで、一連の真空段階中のイオンに焦点を当てて、導きます。その後、イオンはシグナルとして記録される検出器に移動します。

# 詳細

図 2 と図 3 は、Agilent 6100 シリーズ 四重極 LC/MS システムのイオン経路のさらに詳しい図解を示します。API イオン源がイオンを生成した後、イオン輸送のイオン光学系とイオンフォーカス領域が、イオンを四重極と検出器の方へ導きます。通過中、イオンはイオン源での大気圧 (760 torr) から、四重極と検出器で $10\text{-}^{6}$ torr の範囲の真空まで移動します。

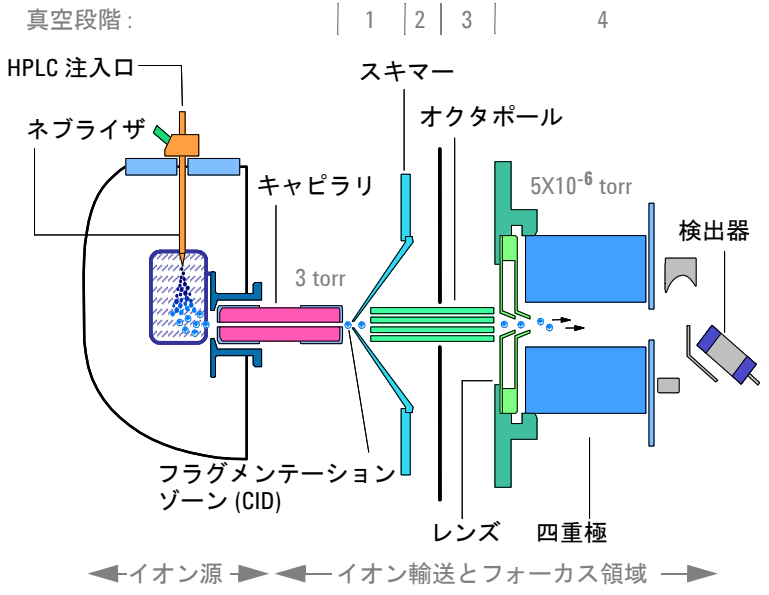



図 2 Agilent 6130 と 6140 のイオン経路 四重極 LC/MS システム

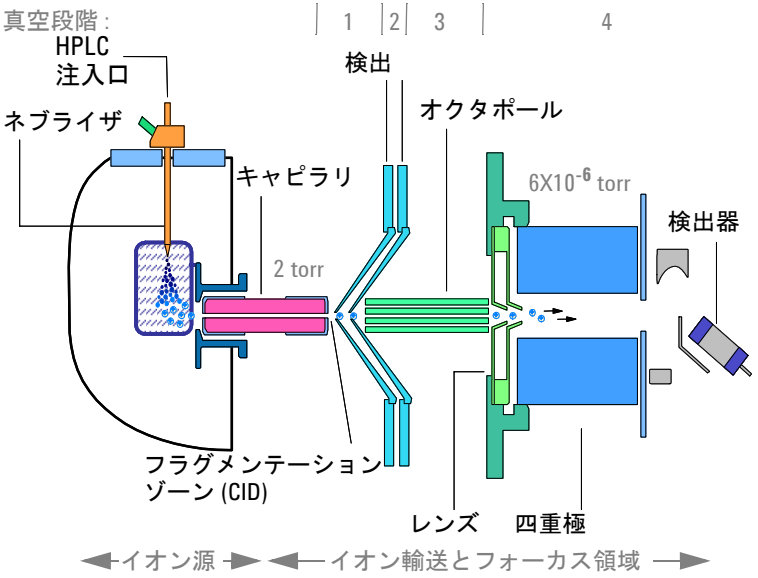



図 3 Agilent 6110 と 6120 のイオン経路 四重極 LC/MS システム

Agilent 6100 シリーズ 四重極 LC/MS システムのイオン輸送とフォーカス領域は、真空マニフォールドで囲まれています。真空システムの機能は、イオンフォーカスと輸送の領域を空にして、四重極を低圧に保つことです。

ネブライザは注入口キャピラリに対して直角であるため、溶媒の大部分はスプレーチャンバから放出され、キャピラリには決して到達しません。イオン、ドライガス、少量の溶媒だけが、キャピラリの中に送られます。

*機器をオートチューンすることで、イオン経路中のエレメントに対する大部分の電圧を自動的に設定します。40 ページの「MS の準備 - チューニング」を参照してください。*

イオン光学系の以下の考察は、イオン経路の段階と質量分析計の真空段階によって構成されます。

## イオン輸送とフラグメンテーション （最初の真空段階）

API イオン源で生成されたイオンはドライガスの中に、その後、真空システムの最初の段階の加熱サンプリングキャピラリの中に、電気的に吸引されます。キャピラリの出口近くに、小さな穴の付いた金属製スキマーがあります。より大きな運動量を持つより重いイオンはスキマー開口部を通過します。より軽いド

ライガス （窒素）分子の大部分は、スキマーで屈折され、ラフポンプで排出されます。スキマーを通過したイオンは、真空システムの第 2 段階に移動します。

大気圧イオン化技術は、すべて相対的に「ソフトな」技術です。主として以下のイオンを生成します。

- 分子イオン $M^+$ または $M^-$
- プロトン化分子 $[M + H]^+$
- シンプルな付加イオン $[M + Na]^+$
- 水分子の損失などのシンプルな損失を示すイオン $[M + H - H_2O]^+$

CID - 衝突誘起解離

これらのタイプのイオンは分子量情報を提供しますが、補完的な構造情報が必要なことがよくあります。構造情報を入手するために、最初の真空段階で化合物イオンを断片化できます。それを行うためには、衝突誘起解離 (CID) として知られている方法で、追加のエネルギーを与え、中性分子と衝突させます。大気圧サンプリングキャピラリの末端に電圧を掛け、衝突させるためのエネルギーを加え、より多くのフラグメンテーションを引き起こします。詳細情報は、16 ページの「フラグメントイオンの生成 : 低対高フラグメンタ」を参照してください。

### イオン輸送 (2 番目と 3 番目の真空段階)

オクタポールイオンガイドは、イオンが通過できる共通の開放軸を持つ、一組の小さな平行した金属ロッドです。

**Agilent 6130 および 6140 四重極 LC/MS システム**　2 番目の真空段階で、2 つの真空段階に位置するオクタポールイオンガイドにより、イオンはすぐにフォーカスを合わせられます。イオンはサンプリングキャピラリから、大気圧からの吸引により受ける運動量のために、オクタポールイオンガイドを通過します。オクタポールロッドに掛けられる高周波電圧により、特定の質量範囲を超えるイオンを、ロッドセットの開放の中心に弾きます。イオンはこのイオンガイドを出た後、2 つの焦点レンズを通過して、真空システムの 4 番目の段階へ進みます。

**Agilent 6110 および 6120 四重極 LC/MS システム**　2 番目の真空段階で、イオンはスキマー 1 と スキマー 2 の間を移動します。その後、3 番目の真空段階に入り、ここでオクタポールイオンガイドを通過します。イオンはこのイオンガイドを出た後、２つの焦点レンズを通過して、真空システムの 4 番目の段階へ進みます。

## イオン分離と検出 (4 番目の真空段階)

4番目の真空段階で、四重極マスアナライザが質量電荷比でイオンを分離します。その後、電子増倍管(EM)がイオンを検出します。

*m/z* - 質量 / 電荷比

四重極マスアナライザ （図 4) は、特定の直流 (DC) と高周波 (RF) 電圧がかかる、4 本の平行したロッドから構成されます。化合物イオンはロッドの中心に向かいます。ロッドにかけられた電圧により、電磁場が作成されます。この電磁場によって、どの質量電荷比イオンが所定の時間でフィルタを通過できるかが決定されます。通過するイオンは、検出器で焦点が合わせられます。

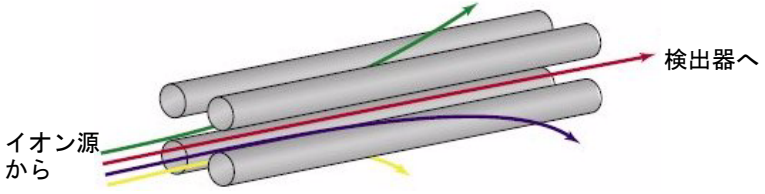



図 4　　四重極マスアナライザ

# 取り込み可能なデータのタイプ

## スキャン選択イオンモニタリング (SIM)

*3 章 で説明した [ メソッド & ランコントロール ] ビューで、スキャンまたは SIM 分析を設定します。*

図 5 のとおり、四重極マスアナライザは 2 つのモードを操作できます。分析を最大限に活用するには、適切なモードを選ぶことが重要です。以下の考察は選択に役立つでしょう。

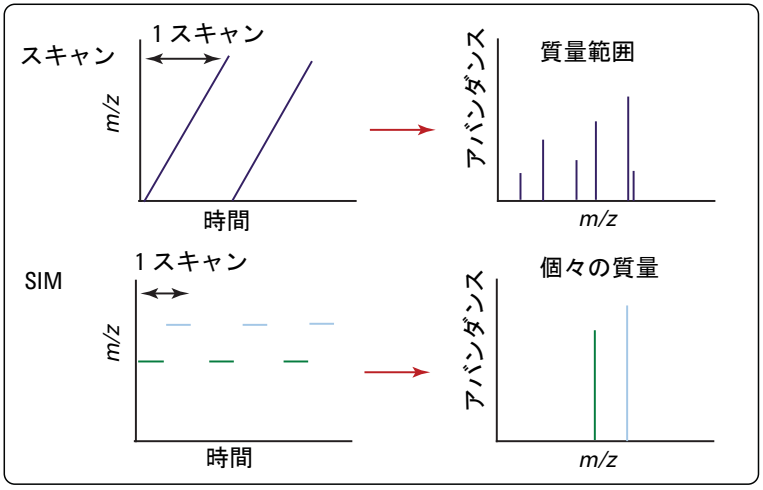



図 5　四重極マスアナライザは、スキャンモードまたは選択イオンモニタリング (SIM) モードのいずれかで操作できます。

### スキャンモード

スキャンモードでは、*m/z* 200 ～ 1000 といった、さまざまな *m/z* 値が分析されます。四重極は次々と連続的にマスフィルタを行い、通常、全体のスキャンに約 1 秒を要します。（正確な時間は、質量範囲とスキャンスピードにより異なります。）MS ファームウェアは DC と RF 電圧を引き上げることで四重極に段を付け、マススペクトル全体にわたる該当 *m/z* 値を連続的にフィルタにかけます。

フルスキャン分析は、イオン源内に存在する所定の質量範囲内のすべてのイオンを示すので役に立ちます。選択した質量範囲の検出下限以上のイオン化された化合物のすべての全体像を示すため、フルスキャン分析はサンプルの特徴付け、構造解析、純度分析によく使用されます。また、SIM データ取り込み （次に検討）のためのメソッド開発の開始点でもあります。

### 選択イオンモニタリング (SIM) モード

良好な感度を得るために、四重極は SIM モードで操作されます。SIM モードで、四重極は限られた数の *m/z* 値のシグナルだけを分析します。1 度に 1 つの質量のフィルタをかけるように、必要な RF/DC 電圧が設定されます。所定の質量範囲のすべての *m/z* 値を通して段階を付けるよりも、四重極は分析者が選択する値だけに段階を付けます。四重極は選択した *m/z* 値それぞれをサンプリングするのに多くの時間を費やすため、システムはさらに低濃度のサンプルを検出することができます。

SIM モードはスキャンモードよりも大幅に高感度ですが、限られたイオンに関する情報しか提供しません。スキャンモードは通常、事前に分析対象成分質量が分からない場合の定性分析や定量分析に使用されます SIM モードは、対象化合物の定量やモニタリングに使用されます。

## フラグメントイオンの生成 : 低対高フラグメンタ

*データ取込用にメソッドを設定する場合、フラグメンタ設定値を用いて、フラグメント化量を制御できます。3 章 で説明した [ メソッド& ランコントロール ] ビューで、メソッドを設定します。*

生成物イオンとしても知られるフラグメントイオンは、プリカーサイオンを分解することで生成されます。Agilent 6100 シリーズ 四重極 LC/MS システムのフラグメンテーション領域はキャピラリ出口とスキマーの間で、ガス圧力は約 2 ～ 3 torr です。この領域の電圧に応じて、プリカーサイオンは変わらずに通過するか、フラグメント化されます。

この領域全域にわたり低圧がかけられると、イオンは変わらずに通過します。たとえこれらのイオンがこの領域でガス分子と衝突しても、通常はフラグメンテーションするのに十分なエネルギーがありません。（図 6 を参照してください。）

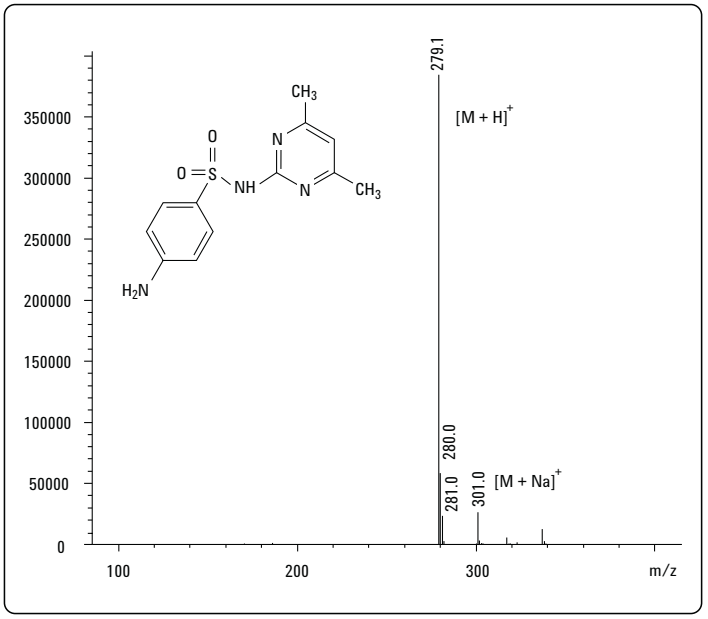



図 6 スルファメタジンのマススペクトル - 低フラグメンタ

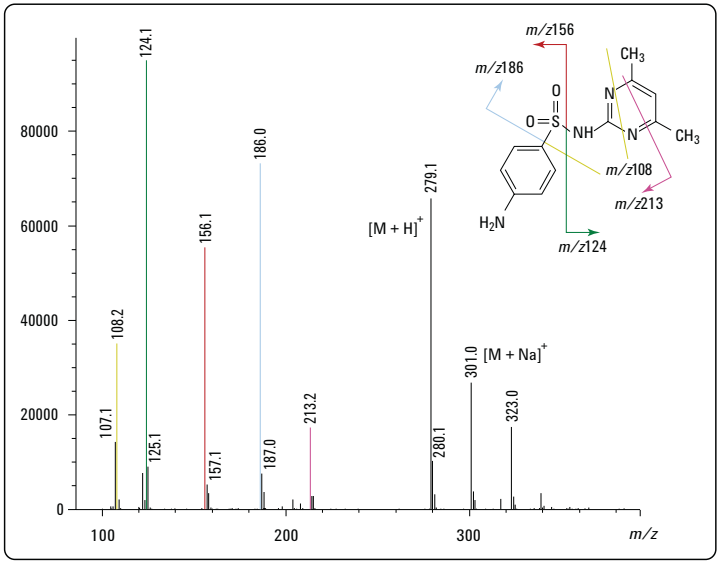



図 7 スルファメタジンのマススペクトル - 高フラグメンタ

電圧が上げられると、イオンはより高い運動エネルギーを持ちます。その後、イオンがガス分子と衝突すると、衝突により、運動エネルギーはイオンのフラグメンテーションを生じさせる可能性のある分子振動に変換されます。これは、衝突誘起解離 (CID) と呼ばれます。図 7 に例を示します。イオンが大気圧で生成される際に、たとえこのフラグメンテーションが生じなくても、このタイプのフラグメンテーションを「インソース CID」と呼びます。分子フラグメントからのイオンは、構造決定または特定化学種の存在の確認に使用されます。

中程度のフラグメント化電圧を用いることで、同じスペクトル内に分子イオンとフラグメントイオンの両方を生成することが可能です。

FIA - フローインジェクションアナリシス

最適なフラグメント化電圧は、化合物の構造と分析の目的により異なります。対象化合物分析では、事前にフラグメンタ設定値に対する化合物のレスポンスを決定するやり方が優れた方法と言えます。これを達成する最も速い方法は、フローインジェクションアナリシス (FIA) シリーズを用いる方法です。FIA シリーズにより、同じ分析内で化合物を複数回注入し、さまざまなタイムウィンドウでフラグメンタ設定値を変更できます。結果として生じるデータから、最適なフラグメンタ設定値を判断することができます。FIA の詳細情報は、65 ページの「フローインジェクションアナリシス」を参照してください。

## ポジティブ対ネガティブイオン

*3 章 で説明した [ メソッド & ランコントロール ] ビューで、メソッドを設定する際に、イオン極性を設定します。*

大気圧イオン化技術により、ポジティブとネガティブ両方のイオンを生成できます。所定の分析に対して、主要イオンタイプは分析対象成分の化学構造 （特にエレクトロスプレーイオン化に対して）や溶液の pH により異なります。いずれかのイオンか両方のイオンがイオン源内に存在する可能性がありますが、イオン輸送およびフォーカス領域のイオン光学系の極性により、どのタイプのイオンが検出されるかを決定します。

ポジティブおよびネガティブイオンの分析では、イオン光学系に対して異なる設定が必要です。ソフトウェア制御されたオートチューンプロセスにより、ポジティブとネガティブ両方のイオンに対する設定を最適化し、1 つのチューンファイルに保存し

ます。データ取込中、ソフトウェアは適切な設定を行うために
チューンファイルにアクセスします。

## マルチシグナルの取り込み

*3 章 で説明する [ メソッド& ランコントロール ] ビューで、マルチシグナルを取り込むための条件を規定します。*

Agilent 6120、6130、6140 LC/MS モデルでは、1 回の分析中に複数のタイプのデータを取り込めます。1 回の分析内で、ポジティブおよびネガティブイオン化、高および低フラグメンタ設定、スキャンおよび SIM モードを選択できます。最適な MS 条件は化合物ごとに変わるため、このマルチシグナル機能により、シングルラン内で、より高い感度で、より多くの化合物を分析できます。

### 極性スイッチング

Agilent 6120、6130、6140 LC/MS モデルでは、スキャンごとに、ポジティブイオンの分析とネガティブイオンの分析を切り替えることが可能です。極性を非常に素早く切り替えるために、これらのモデルには API イオン源、レンジシステム、四重極、検出器などのための高速スイッチング電源が組み込まれています。両タイプのイオンを検出するために、サンプルを 2 回分析する必要性を取り除くため、クロマトグラフの時間スケール上で極性を切り替える機能は、完全に未知な化合物の分析にとって非常に便利です。

### 高 / 低フラグメンタ

Agilent 6120、6130、6140 LC/MS モデルを用いると、スキャンごとに高と低のフラグメント化電圧を交互に切り替えることも可能です。この機能により、分子量情報を得るために低フラグメンタ設定で、構造情報を得るために高フラグメンタ設定で、スキャンを行うことができます。

### SIM/ スキャン

多くの分析で、非常に低濃度の対象化合物をモニタリングおよび / または定量するために、SIM モードを使用する必要があります。スキャン分析を用いて、他のサンプル成分を特徴付けすることが望まれることもよくあります。Agilent 6120、6130、6140 LC/MS モデルでは、SIM とスキャンモードを切り替えることが可能なため、1 回の分析で両方の目的を達成できます。

### まとめ

6120、6130、6140 LC/MS モデルは、シングルラン内で、スキャンごとの基準で、4 つの異なるユーザー選択取込モードを繰り返すことが可能です。たとえば、シングルランを設定して、以下の操作を行えます。

- 低フラグメンタ電圧を用いたポジティブイオンスキャン
- 高フラグメンタ電圧を用いたポジティブイオンスキャン
- 低フラグメンタ電圧を用いたネガティブイオンスキャン
- 高フラグメンタ電圧を用いたネガティブイオンスキャン

上記の分析は、一部がポジティブモードで良い反応を示し、一部がネガティブモードで良い反応を示す、そして分子イオンとフラグメントイオンの両方を必要とする、化合物の混合物に最適です。

1 サイクルの所要時間は選択されたモードの数、スキャン範囲、スイッチングに必要なスキャン間ディレイにより変わります。狭いクロマトグラフピークを用いた分離では、総サイクルタイムを機器がピーク全域にわたり十分な測定を行うのに適した短さになるようにすることが重要です。

# イオン源

Agilent 6100 シリーズ 四重極 LC/MS システムは、以下の大気圧イオン化 (API) イオン源とともに動作します。

- ESI （エレクトロスプレーイオン化）
- APCI （大気圧化学イオン化）
- APPI （大気圧光イオン化）
- MMI （マルチモードイオン化）

**注記**

**6100 シリーズ LC/MS システムで使用されるイオン源は、B 型イオン源です。6100 シリーズ LC/MS システムは、以前の Agilent LC/MS モデルで使用された A 型イオン源には互換性がありません。**

## エレクトロスプレーイオン化 (ESI)

*スプレーチャンバパラメータ（ネブライザ圧力、ドライガス流量と温度、キャピラリ電圧）は、3 章 で説明する [ メソッド& ランコントロール ] ビューでメソッドを設定する際にコントロールします。*

エレクトロスプレーイオン化は化学的性質に依存して、分析対象成分が質量分析計に到達する前に、溶液中で化合物のイオンを生成します。図 8 のように、LC 溶離液は強力な静電場と加熱ドライガスの存在下で、大気圧でスプレーチャンバーにスプレーされます。静電場は、アジレントの設計では接地状態のネブライザと高電圧のキャピラリの間に生じます。

スプレーはキャピラリに対して直角に生じます。この特許のアジレント設計により、液滴からのバックグラウンドノイズを軽減し、感度を高め、長期間キャピラリをきれいに保ちます。

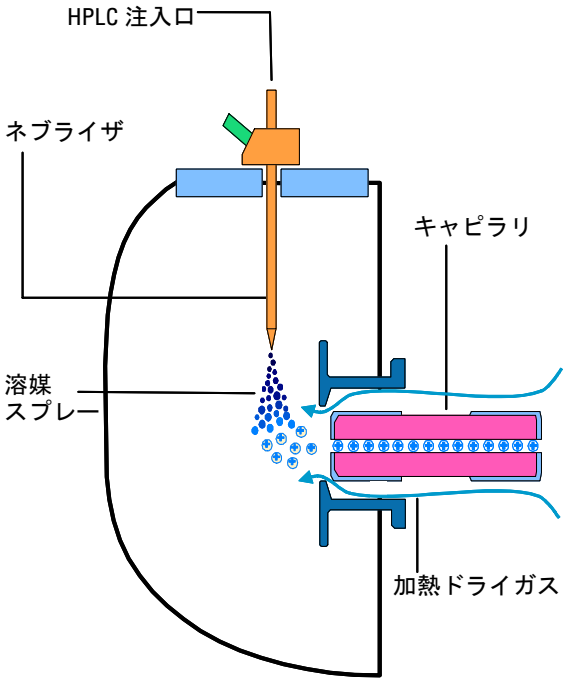



図 8　　エレクトロスプレーイオン源

エレクトロスプレーイオン化 (ESI) は以下の 4 つの手順から構成されます。

1 イオンの生成

2 噴霧

3 溶媒除去

4 イオン蒸発

## イオンの生成

API- エレクトロスプレーでのイオン生成は、複数のメカニズムによって行われます。分析対象成分、溶媒、バッファの化学的性質の調和が取れていれば、噴霧前にイオンは溶液中に生成されます。このことは、分析対象成分のイオン濃度を上げ、良好な API- エレクトロスプレー感度をもたらします。

分析されるイオンが必ずしも ESI を必要とするとは限りません。溶液中でイオン化しない一部の分析対象成分も、分析することができます。ネブライズ、溶媒除去、イオン蒸発のプロセスにより、スプレー液滴の表面に強い電荷が生じます。このため、液滴表面での分析対象成分分子のイオン化を誘起します。

### 噴霧

噴霧 （エアロゾル生成）では、以下の手順を通じてサンプル溶液を取り込みます。

a サンプル溶液は、ネブライザと呼ばれるグラウンドのニードルを通じて、スプレーチャンバに入ります。

b 高流量エレクトロスプレーでは、ネブライザガスは、ニードルを取り巻く チューブを通って、同心円状にスプレーチャンバに入ります。

c ネブライザガスにより生成される強い変形力とスプレーチャンバの高電圧 (2 ～ 6 kV) の組み合わせにより、サンプル溶液を引き出し、液滴を生成します。

d 液滴が分散するにつれ、静電気力により、一方の極性を持つイオンが液滴表面に優先的に移動します。

e 結果として、サンプルは同時に荷電され、荷電液滴の細かなスプレーに分散されます。このため*エレクトロスプレー*と呼ばれます。

エアロゾルが生成される際にサンプル溶液は加熱されないため、ESI は大部分の分析対象成分を熱的に分解しません。

### 溶媒除去とイオン蒸発

イオンの質量分析を行う前に、イオンそのものを生成するため、溶媒を除去する必要があります。

不活性の加熱ドライガス、一般的には窒素のカウンター電流により、溶媒を蒸発させ、液滴直径を小さくし、主要な表面電荷を強制的に近づけます （図 9 を参照してください）。

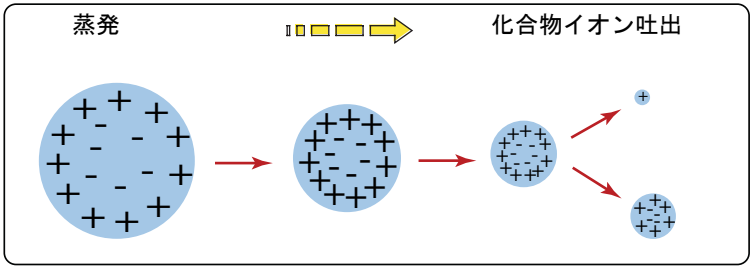



図 9　　溶液からイオンの脱離

クーロン反発力 - 同符号に帯電した試料間の反発力

クーロン反発力が液滴の表面張力と等しくなると、液滴は破裂し、さらに蒸発しやすい小さな荷電液滴を生じます。このプロセスが繰り返されて、表面電荷密度の高い液滴が形成されます。電荷密度がおよそ $10^8 V/cm^3$ に到達すると、イオン蒸発が起こります（液滴表面からのイオンそのものの直接放出）。これらのイオンは、キャピラリサンプリングオリフィスに引き付けられ、これを通ってイオン光学系とマスアナライザを通過します。

### 溶液の化学的性質の重要性

溶媒とバッファの選択は、エレクトロスプレーを用いた良好なイオン化の鍵です。熱容量、表面張力、誘電率の小さなメタノールのような溶媒は、噴霧と溶媒除去を容易にします。エレクトロスプレーモードで最高の結果を得るために：

- 必要なイオンの極性とサンプルの pH に従って、溶媒 pH を調整します。
- イオン脱離を高めるために、蒸発熱が低く、表面張力の弱い溶媒を使用します。
- プロトン転移やイオンペア反応などの気相反応を通じてイオンを中和*しない*溶媒を選択します。
- イオン源内の塩の析出を減らすために、より揮発性の高いバッファを選択します。

## 多価チャージ

エレクトロスプレーは、タンパク質、ペプチド、オリゴヌクレオチドなどの大きな生体分子の分析に特に便利ですが、医薬品や環境汚染物質のような小さな分子も分析できます。大きな分子は複数の電荷を取り込むことがよくあります。この多価チャージのため、たとえ一般的な四重極 LC/MS 機器の質量範囲が約 3,000 *m/z* でも、エレクトロスプレーを使用して、150,000 u 程度の大きな分子を分析できます。たとえば、次のようになっています。

*100,000 u / 10 z = 1,000 m/z*

*オプションの Agilent LC/MSD デコンボリューションおよび生物分析により、デコンボリューションを達成するための計算を行います。*

大きな分子が多価を取り込む場合、分析対象成分の実際の分子量を決定するためにデコンボリューションと呼ばれる数学的方法が使用されます。

# 大気圧化学イオン化 (APCI)

APCI は大気圧化学イオン化プロセスです。APCI 技術では、ネブライザニードルに LC 溶離液を通して、細かいスプレーを生成します。スプレーは、液滴が完全に蒸発されるように加熱されたセラミックチューブを通過します （図 10)。

その後、生成されたガスと蒸気の混合物はコロナ放電ニードル上を通過します。ここで溶媒の蒸気はイオン化され、反応ガスイオンを生成します。これらのイオンは順々に、化学イオン化プロセスによってサンプル分子をイオン化します。その後、サンプルイオンはキャピラリに導入されます。

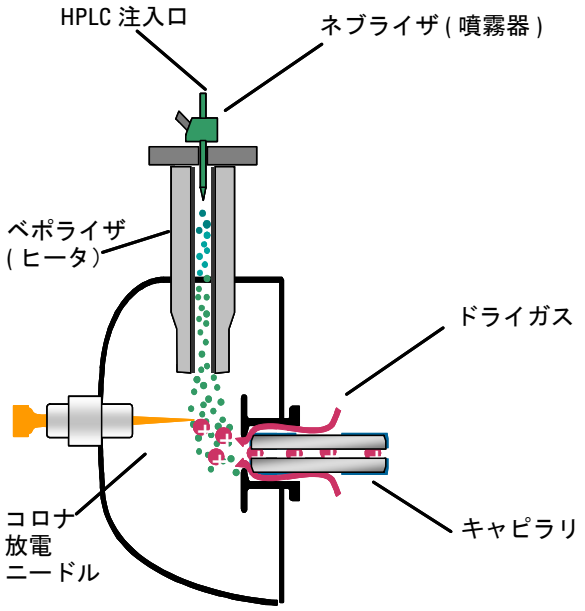



図 10　　大気圧化学イオン化 (APCI) イオン源

APCI では、イオン化を起こすために分析対象成分が気相であることが必要です。溶媒と分析対象成分を蒸発するために、APCI イオン源は通常、400 ～ 500 ℃のベポライザ温度で操作されます。

APCI は広範囲の分子極性にわたり適用可能です。滅多に多価チャージを生じないため、通常、1,500 u 未満の分子に使用されます。この分子量の制限と高温蒸発を使用するため、APCI は熱的に不安定な大きな生体分子の分析に対するエレクトロスプレーよりもあまり適していません。APCI は、通常、順相クロマトグラフで分析される極性の低い化合物のイオン化に最適です。

# 大気圧光イオン化 (APPI)

APPI 技術を用いて、LC 溶離液はネブライザニードルを通過して、細かいスプレーを生成します。このスプレーは、液滴が完全に蒸発される加熱セラミックチューブを通されます。結果として生じるガスと蒸気の混合物は、クリプトンランプの光子線を通過し、サンプル分子をイオン化します （図 11）。その後、サンプルイオンはキャピラリに導入されます。

APPI と APCI は似ていて、APPI はイオン化のためのコロナニードルの代わりになります。APPI は追加溶媒や「ドーパント」と呼ばれる移動相調整剤もよく使用し、光イオン化プロセスが促進されます。

APPI は、通常、APCI で分析される同じ化合物の多くに適用可能です。APPI は、非極性化合物の分析に特に役立つことを証明しています。

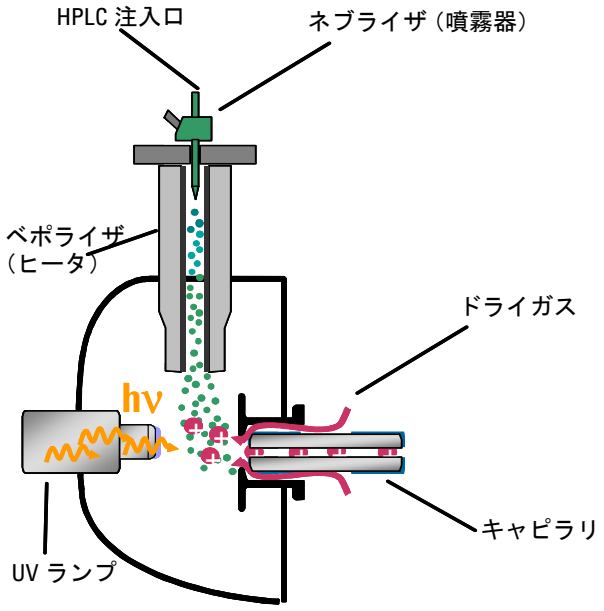



図 11　　大気圧光イオン化 (APPI) イオン源

# マルチモードイオン化 (MMI)

マルチモードイオン源は、3 つの異なるモード (APCI、ESI、または APCI/ESI 同時) で操作することができるイオン源です。マルチモードイオン源には、2 つに電気的に分離され、最適化されたゾーンが組み込まれており、1 つは ESI 用で、もう 1 つは APCI 用です。同時 APCI/ESI の間、両方のイオン化モードからのイオンがキャピラリに入り、質量分析計で同時に分析されます。

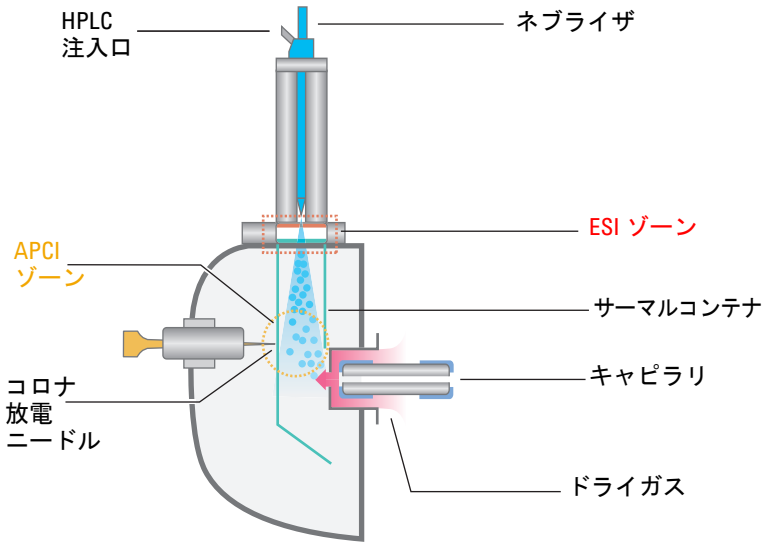



図 12 マルチモードイオン源

マルチモードイオン化 (MMI) は、未知化合物や、一部が ESI で反応し、一部が APCI が反応する化合物の混合物を含むサンプルのスクリーニングに便利です。これらの場合、マルチモードイオン源により、完全な分析を行うためにサンプルを 2 回分析する必要がなくなります。

ベポライザの温度がモニタリングされる APCI や APPI イオン源と違い、マルチモードイオン源では、実際の蒸気温度がモニタリングされます。結果として、ベポライザは通常、200 ～ 250 ℃に設定されます。

# ChemStation ソフトウェアの概要

## 概要

Agilent 6100 シリーズ 四重極 LC/MS システム用の ChemStation ソフトウェアは、複数のビューに整理されます。各ビューでは、特定のタスク セットを実行できます。メニューとツールバーが各ビューとともに変化します。

図 13　これらのボタンにより、6 つの ChemStation ビューを切り替えることが可能

以下は、ChemStation のビューとそれらの機能の要約です。

*[メソッド& ランコントロール] ビューの詳細情報は、3 章 を参照してください。*

### メソッド&ランコントロール

- メソッドを設定します
- チップキューブを含む、Agilent 1100 シリーズ LC または Agilent 1200 シリーズ LC モジュールの設定値を変更します
- Agilent 6100 シリーズ 四重極 LC/MS システムの設定値を変更します
- Agilent API イオン源の設定値を変更します
- シングルサンプルを分析します
- 自動シーケンスを実行します
- FIA シリーズを分析します
- 取り込まれた時に、リアルタイムでデータを表示します

*[ データ解析 ] ビューの詳細情報は、4 章 を参照してください。*

## データ解析

- MS や UV 検出器からのクロマトグラムとスペクトルを表示します
- クロマトグラフピークを積分します
- 定量を行います
- ピーク純度を調べます
- 多価スペクトルのデコンボリューションを行います
- レポートを作成します
- シーケンスからのデータを再解析します

*[ レポートレイアウト ] ビューの詳細情報は、5 章 を参照してください。*

## レポートレイアウト

- カスタムレポートテンプレートを編集します

*[ ベリフィケーション ] ビューの詳細情報は、6 章 を参照してください。*

## ベリフィケーション (OQ/PV)

- システムパフォーマンスを確認します
- テストを行い、規制項目への準拠を実証します （運転時適格性評価 / 性能確認、OQ/PV)

*[ 診断 ] ビューの詳細情報は、7 章 を参照してください。*

## 診断

- 機器の問題の考えられる原因を学習します
- テストを実行し、機器の問題を診断します
- システムメンテナンスを実行する時期になると、通知を受け取ります
- システムを真空排気し、ベントします

*[MSD チューン ] ビューの詳細情報は、2 章 を参照してください。*

## MSD チューン

- MS を最適化し、キャリブレーションします

# データを遠隔で確認する

ChemStation データを遠隔で確認できるようにコンピュータを設定する方法が 2 つあります。

1 つ目の方法は、リモートコンピュータに ChemStation ソフトウェアのデータ解析のみのバージョンをインストールすることです。このインストールにより、ご使用の Agilent 6100 シリーズ LC/MS システムをコントロールする ChemStation 上に持っている同じデータ解析機能が提供されます。詳細にデータ解析を行うためのフル機能が必要な場合、理想的です。

*お持ちの LC/MS ChemStation インストール CD に ChemStation データブラウザソフトウェアがあります。*

もう 1 つの方法は、リモートコンピュータに ChemStation データブラウザをインストールすることです。ChemStation データブラウザにより、ChemStation LC および LC/MS データファイルを簡単に確認できますが、機能はフル機能の ChemStation データ解析とは異なります。データブラウザソフトウェアは合成化学者や、「ウォークアップ」分析に LC/MS システムを使用する人に最適です。

# 2
# 機器の準備

LC システムの準備 34
目的 34
作業のサマリ 34
LC モジュールのパラメータを設定する 36
カラムコンディショニングと平衡化 37
流量と圧力の安定性モニタリング 39
MS の準備 - チューニング 40
概要 40
チューン方法 42
チューニング時期 - チェックチューン 43
オートチューン 45
マニュアルチューニング 47
チューンレポート 49
ゲインキャリブレーション 50

この章では、分析のために機器を準備するのに役立つコンセプトを学習します。この章では、ハードウェアとソフトウェアがインストールされ、機器は設定され、性能は検証されていると仮定します。これが完了されていない場合、『*Agilent 6100 シリーズシングル四重極 LC/MS システムインストールガイド*』を参照してください。

# LC システムの準備

## 目的

良好な感度を実現するには、LC/MS 分析の前に、LC とカラムを適切に準備することが重要です。

最高の S/N 比を得るには、LC システム全体が塩 （不揮発性バッファなど）や無用の有機化合物による汚染がないようにする必要があります。UV 検出器にとって問題とならない一部の汚染物質が、MS に対して問題を起こす恐れがあります。汚染物質はイオン抑制および / または高バックグラウンドを生じる恐れがあり、これらの問題が著しく感度を低下させる恐れがあります。

ノイズのほとんどない平坦なベースラインを実現するために、LC 流量も非常に安定している必要があります。

## 作業のサマリ

正確な LC 準備手順は、LC が以前どのように使用されたかや、実行された分析のタイプにより異なります。以下のとおり、ガイドラインを示します。

### 一般的な準備

分析開始前に、LC の流路全体に汚染物質がなく、流量は安定している必要があります。通常、以下の操作を行うことで、これらの目標を達成できます。

1 ポンプをパージして、気泡を取り除きます。使用する予定の各チャンネルをパージします。

  ポンプをパージする指示に関しては、キーワード「パージ」に関してオンラインヘルプを検索して、単語「パージ」で始まるエントリが見えるまでトピックのリストをスクロールダウンします。

2 カラムをコンディショニングして、不純物や残留サンプルを取り除きます。

詳細情報は、37 ページの「カラムコンディショニングと平衡化」を参照してください。

3 初期の移動相組成でカラムを平衡化します。

詳細情報は、37 ページの「カラムコンディショニングと平衡化」を参照してください。

4 システム流量と圧力が安定しているか確認します。

詳細情報は、39 ページの「流量と圧力の安定性モニタリング」を参照してください。

## より広範囲の準備

上記の 4 段階の作業によって、日々良好に機能しますが、以下の内容が当てはまる場合、より広範囲の LC/ カラムフラッシングが必要なことがあります。

- MS にこの LC を使用していなかった。
- カラムが新品である。
- 異なる移動相組成に変更している。
- LC が汚れたサンプルの分析に使用された。
- 次の分析に、最高の感度が必要である。

より完全な LC クリーニング用のプロトコールは、『*Agilent 6100 シングル四重極システムインストールガイド*』で示されます。システムベリフィケーションに関する章の、LC のコンディショニングに関するセクションを参照してください。

LC をフラッシュする際、使用予定のすべてのチャンネルをフラッシュすることを忘れないでください。また、システムのフラッシュに使用する同じ溶媒を複数回注入して、インジェクタをフラッシュします。

# LC モジュールのパラメータを設定する

[ メソッド & ランコントロール ] ビューで、LC モジュールを設定します。システムダイアグラム内で、各モジュールをクリックし、パラメータを設定します。

図 14　システムダイアグラム例 （ご使用のシステムと異なる可能性があります）

システムモジュールのヘルプにアクセスするには、モジュールコンテキストメニューから **[ ヘルプ ]** メニュー項目をクリックします。所定のダイアログボックスのヘルプにアクセスするには、ダイアログボックス内の **[ ヘルプ ]** ボタンをクリックします。

### モジュールコントロールパラメータの設定方法

この手順では、ポンプモジュールを例に使用します。

1 [ 機器 ] メニューから **[ 続きバイナリポンプ ] > [ コントロール ]** をクリックし、[ ポンプコントロール ] ダイアログボックスを開きます。

2 希望するコントロールパラメータを設定し、**[OK]** をクリックします。

**別の方法**　[ ポンプ ] コンテキストメニューから **[ スタンバイ ]** などの希望するコントロールパラメータを選択します。

### 設定値コントロールパラメータの設定方法

この手順では、バイナリポンプモジュールを例に使用します。

1 [ 機器 ] メニューにある **[ 機器メソッド設定 ]** をクリックし、[ メソッド セットアップ ] ダイアログボックスを開きます。

2 **[ バイナリポンプ ]** タブをクリックします。

3 希望する設定値を設定し、**[OK]** をクリックします。

### その他の機器パラメータにアクセスする方法

1 **[ 機器 ]** メニューをクリックして開きます。

2 **[ インジェクション ソース選択 ]**、**[ カラム ]**、または **[ 機器コンフィグレーション ]** のような、希望するコマンドをクリックします。

## カラムコンディショニングと平衡化

パラメータを設定し、カラムをコンディショニングおよび平衡化するには、いくつかの方法があります。

### コンディショニング

カラムコンディショニングにより、特に同一組成の溶媒を用いた分析 （アイソクラティック分析）の後の、以前分離された成分やカラムからの不純物を排除します。

サンプル分析前にカラムをコンディショニングする方法は多くあります。1 つの方法は、一定時間、カラムに使用予定の有機溶媒 (100% 溶媒 B) を送液することです。もう 1 つの方法は、使用予定のグラジエントを実行し、さらにピークが溶出しないようになるまで、最終組成で時間を延長することです。

カラムが新品の場合、「コンディショニング」には、ピーク面積とリテンションタイムが安定するまで、少量のサンプルまたは高濃度標準試料を注入することが含まれることがあります。

### 平衡化

グラジエント分析後、カラム平衡化によりカラム特性を初期状態に戻します。サンプル分析前にカラムを平衡化するには、一定時間、カラムかに初期組成の溶媒を流します。

## カラムコンディショニングと平衡化

ChemStation ソフトウェアを用いた 3 つの方法のうちの 1 つで、カラムをコンディショニングおよび平衡化できます。

- 対話形式

  ポンプを、分析終了時の溶媒組成と標準流量より高流量に設定します。その後、これらの設定値をポンプにすぐに適用します。カラム容量の約 3 倍の溶媒を送液した後、次に、ポンプを分析開始時の溶媒組成と流量に設定します。この手順の間は、データファイルを保存しません。

  この手順を用いる場合、カラムをコンディショニングおよび平衡化すると同時に、MS をチューンできます。MS をチューンする場合、MS ストリーム切り替えバルブにより、LC 溶離液を廃液に自動的に切り替えます。チューニングに関する情報は、40 ページの「MS の準備 - チューニング」を参照してください。

*章 3 で説明した [ メソッド & ランコントロール ] ビューで、メソッドまたはシーケンスを設定します。*

- 対話式分析にメソッドを用いる

  分析メソッドを設定した後、溶媒ブランクを実行します。分析にはメソッドストップタイムを用います。カラムを平衡化するために、メソッド内でポストランタイムも使用できます。

  この手順では、データファイルを保存します。

- シーケンスを用いる

  分析にメソッドを設定した後、シーケンスの最初の分析として溶媒ブランクを設定します。メソッドには、カラムを平衡化するポストランタイムが含まれます。

  この手順では、データファイルを保存します。

# 流量と圧力の安定性モニタリング

穏やかなベースラインと API-MS に対する最高の結果を得るために、LC 溶媒流量とシステム背圧は安定する必要があります。流量と圧力の安定性をモニタリングするのに最も適した時期は、カラムを平衡化させた後と分析開始前です。

*章 3 には、オンラインプロットとも呼ばれるオンラインシグナルに関する詳細情報を示します。*

ChemStation ソフトウェアを用いて安定性を測定できます。これを行うには、分析に使用予定の初期組成と同じ溶媒組成を用いて、アイソクラティックメソッドを設定します。分析中、流量と圧力のオンラインシグナルをモニタリングします。

# MS の準備 - チューニング

## 概要

*チューニングに関連するすべてのタスクに、[MSD チューン] ビューを使用します。*

チューニングは、高品質で正確なマススペクトルを生成するための、MS パラメータ調整のプロセスです。チューニング中、以下の内容が最適化されます。

- 感度を最大にする
- 満足できる分解能を維持する
- 正確な質量の帰属を保証する

### 調整されるパラメータ

Agilent 6100 シリーズ 四重極 LC/MS システムには、調整できる 2 組のパラメータがあります。1 組のパラメータはイオンの生成に関連付けられています。これらのパラメータは、スプレーチャンバー （エレクトロスプレーや APCI など）とフラグメンターをコントロールします。もう 1 組のパラメータはイオンの透過、フィルタリング、検出に関連しています。これらのパラメータは、スキマー、オクタポール、レンズ、四重極マスフィルタ、高エネルギーダイノード (HED) 電子増倍管 （検出器）をコントロールします。

チューニングとは主にイオンの透過、フィルタリング、検出をコントロールするパラメータの正しい設定値を探すことです。これは、キャリブラントを MS に導入し、イオンを生成することで行われます。これらのイオンを使用して、チューンパラメータは、感度、分解能、質量割り当ての目標を達成するために調整されます。いくつかの例外を除いて、イオン生成をコントロールするパラメータは調整されません。これらは、キャリブレーション溶液からイオンを生成するために最適な固定値に設定されます。

## チューニングファイルとレポート

チューニングの結果、ポジティブイオン化とネガティブイオン化の両方に対するパラメータ設定を含むチューニングファイル（実際はディレクトリ）が得られます。データ取り込みにチューニングファイルを使用する場合、データ取込メソッドで指定されたイオン極性に適した設定が自動的に読み込まれます。

自動化されたチューニングプログラムであるオートチューンでも、レポートを作成します。図 49 を参照してください。

## データ取込中のチューニングファイルの使用

データの取り込み中、イオン生成に関連したパラメータは、データ取込メソッドでコントロールされます。イオン透過率に関連したパラメータは、データ取込メソッドに割り当てられたチューニングファイルでコントロールされます。

# チューン方法

*この機能には、[MSD チューン] ビューの [ チューン ] メニューからアクセスします。*

ChemStation ソフトウェアには、MS をチューンする以下の 2 つの方法が用意されています。

- オートチューンは、質量範囲全体にわたり良い性能が得られるように、MS をチューンする自動チューニングプログラムです。この場合、キャリブレーション化合物供給システム (CDS) によって導入される標準キャリブレーション混合物として既知化合物を使用します。これは、ほとんどの場合に使用するチューニングメソッドです。
- マニュアルチューニングにより、目標性能を達成するまで、一度に 1 つのパラメータを調整することで、MS をチューンできます。マニュアルチューニングは、最高感度が必要な場合、分析が限られた質量範囲を対象にする場合、あるいは標準キャリブラント以外のチューニング化合物が必要な場合に最も多く使用されます。

さらに、[ チェックチューン ] プログラムにより、チューンが必要かどうかを決定できます。

[ チェックチューン ]、[ オートチューン ]、[ マニュアルチューン ] は、次のセクションで詳細に説明します。

**注記**

通常操作では、頻繁にチューニングを行う必要はありません。一旦チューニングされると、LC/MS は非常に安定しています。一般的にチューニングは、月に 1 や週 1 回以上の頻度で実施する必要はありません。チューニングに関連する不具合が疑われる場合、[ チェックチューン ] プログラムを使用して、再チューン前に MS の調整がずれていることを確認します。

**注意**

Agilent 6100 シリーズ LC/MS システムのチューニングまたは操作前には、真空排気後少なくとも 4 時間お待ちください。四重極マスフィルタのセラミックコンポーネントは、空気から湿気を吸収する可能性があります。データのチューニングまたは取り込みが早過ぎると、アーク放電を引き起こすことがあります。さらに、アナライザが熱平衡に達するのに少なくとも 9 時間を要します。MS が熱平衡になる前に作成されたチューンファイルや取り込まれたデータは、不正確な質量割り当てや、その他の誤差を持っている可能性があります。

# チューニング時期 - チェックチューン

[ チェックチューン ] により、完全なオートチューンを行わずに、MS が正しくチューニングされているかを素早く判断できます。これによって、チューン質量のシングルプロファイルスキャンが実行され、ピーク幅とマス軸が目標値と比較されます。[ チェックチューン ] により入手した値が許容範囲内の場合、チューンレポートには [ チェックチューン ] が合格であることを示します。(44 ページの図 15 を参照してください。) 値が許容範囲外の場合、[ チェックチューン ] はピーク幅を調整するか、マス軸のキャリブレーションを行うことを勧めます

第 3 のパラメータである [ ゲイン ] は、[ チェックチューン ] で調べられたパラメータに追加される場合があります。その場合には、[ チェックチューン ] により、現在のゲイン値を最新のオートチューンから得られたゲイン値と比較します。ゲインについては、図 50 を参照してください。

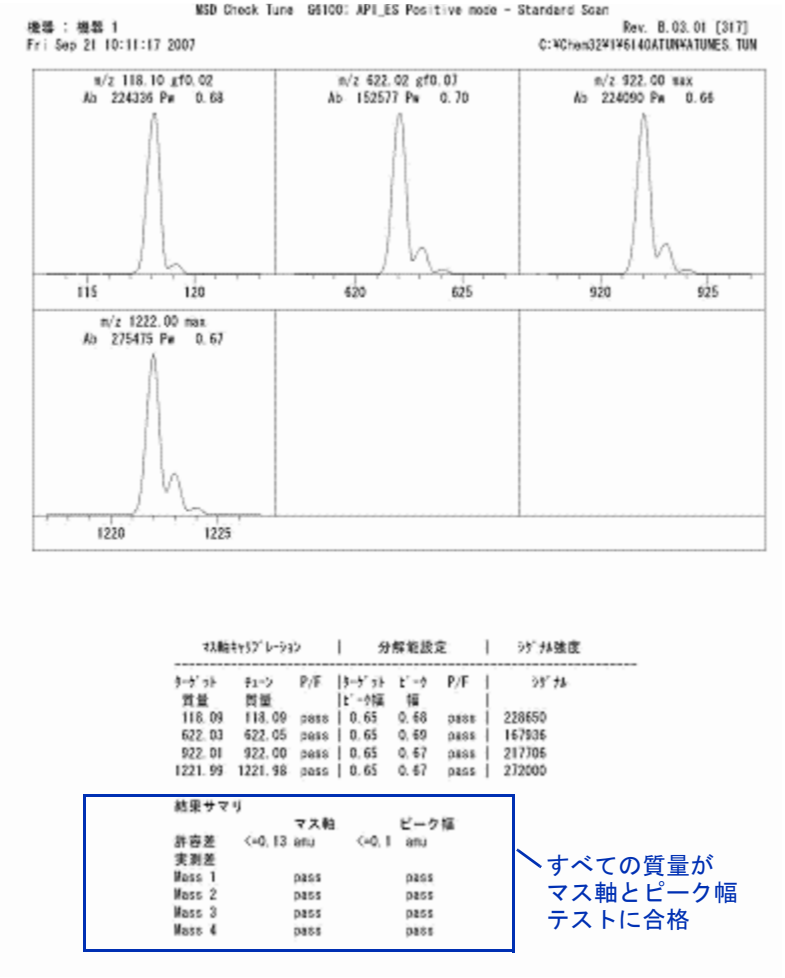



図 15　チェックチューンレポート

# オートチューン

オートチューンは、質量範囲全体にわたり良い性能が得られるように MS を調整するプログラムです。

## オートチューンファイル

チューンファイル ATUNES.TUN は、オートチューンの開始ポイントとして提供されます。

オートチューンの結果は、現在のオートチューンファイルに保存されます。これにより、各オートチューンが最新の適したチューンパラメータから開始されるため、オートチューンは短時間で終了します。ただし、前のチューン値は失われることを意味します。オートチューンを使用する前に、オートチューンファイルを別のファイル名に保存することもできます。

1 つのオートチューンファイルには、ポジティブイオン化とネガティブイオン化両方のオートチューンの結果が含まれます。

## オートチューン極性とスキャンスピード

オートチューンの実行には以下の 6 つの選択肢が用意されています。

- 両極性
- ポジティブ
- ネガティブ
- 両極性高速スキャン
- ポジティブ高速スキャン
- ネガティブ高速スキャン

[ 両極性 ] モードでは、ポジティブイオン化とネガティブイオン化の両方に対してオートチューンを行います。[ ポジティブ ] と [ ネガティブ ] モードでは、指定極性に対してのみオートチューンを行います。

## オートチューン中のゲインチェック

[ ゲインチェック ] は、ポジティブオートチューンまたは両極性オートチューンのネガティブイオン部でのみ行われます。ゲインチェックの詳細情報は、50 ページの「ゲインキャリブレーション」を参照してください。

## スプレーチャンバパラメータ

オートチューンでは、イオン透過に影響を及ぼすパラメータを調整します。スプレーチャンバパラメータはイオン生成に影響を及ぼしますが、オートチューンでは調整されません。これらのパラメータは、キャリブレーション溶液のイオン生成に適しているデフォルト値に設定されます。

スプレーチャンバごとにわずかな変動がある可能性があるため、デフォルトのパラメータが特定のスプレーチャンバに対して最適ではない場合があります。ネブライザの調整や、LC/MS システムコンポーネントの通常の劣化などの変化も、デフォルト値が最適ではないシステムにつながる可能性があります。そのため、スプレーチャンバパラメータを手動で設定できます。この手動設定は一般的に、機器がオートチューンに失敗した場合や、オートチューンの結果がシステムパフォーマンスの著しい低下を示す場合にだけ必要です。他の要因によってもシステムパフォーマンスが低下する恐れがあることに注意してください。

# マニュアルチューニング

オートチューンプログラムにより、質量範囲全体にわたり良い性能が得られるように、MS を調整し、このチューンプログラムはほとんどのアプリケーションに対して十分なものです。しかし、MS を手動でチューンしたほうが有利な場合があります。内容 :

- 分解能をいくらか犠牲にして最大の感度を達成したい場合
- 極めて低い質量範囲 (<150 u 以下) に対して限定的にチューンする場合
- 標準キャリブラント以外の化合物を使用してチューンしたい場合

**注意**

**キャリブラント送液システム (CDS) は、特に 90:10 のアセトニトリル / 水混合溶媒を使用してアジレントのキャリブラントを正確に供給するために設計されています。その他の溶媒や混合物を使用すると、チューニングに最適ではない異なる流量になることがあります。さらに、CDS の O- リングシールは、エチレン - プロピレン製です。これらは、脂肪族化合物、芳香族化合物、またはハロゲン化炭化水素によって損傷を受ける恐れがあります。CDS では、これらのタイプの溶媒を決して使用しないでください。非標準キャリブラントを使用する場合、LC 経由で供給されることをお勧めします。**

## マニュアルチューニングに関するヒント

**イオン化モード**

エレクトロスプレー、APCI/APPI、マルチモード ESI+APCI には、個別のチューニングは必要*ありません*。チューニングでは、イオンの透過をコントロールするパラメータの調整が必要です。これらのイオンが生成される方法は問題ではありません。エレクトロスプレーモードで作成されたチューンファイルは、APCI/APPI サンプルに対して良好な結果を示すことがよくあります。逆もまた真です。

**極性**

ポジティブおよびネガティブイオン化には、個別のチューニングが必要です。そのうち、MS を 2 回、一回はポジティブイオンを用いて、そしてもう一回はネガティブイオンを用いてチューンする必要があります。同じチューンファイル名で 2 つのチューンを保存できます。ポジティブイオンとネガティブイオンの設定を、別々に更新できます。

**質量範囲**

チューニングはほとんどの場合、質量範囲全体にわたり行われます。例外は、対象イオンが約 150 u より小さい場合です。狭い質量範囲を的確にマニュアルチューンすることにより、これらの非常に小さな質量イオンの透過率および検出感度を改善できます。

## マニュアルチューニングする手順

オンラインヘルプには、マニュアルチューニングに関する段階的な説明が記載されています。この説明は、標準キャリブラントの 1 つを使用し、質量範囲全体にわたるチューニングを仮定していますが、非標準キャリブラントやより狭い質量範囲に変更することができます。

マニュアルチューニングの説明にアクセスするには :

1 オンラインヘルプを開きます。
2 クリックし、「ChemStation を用いた作業方法」を展開します。
3 クリックし、「基本タスク」を展開します。
4 クリックし、「メソッド & ランコントロール」を展開します。
5 クリックし、「MSD チューン」を展開します。
6 「LC/MSD または CE/MSD のマニュアルチューニング」へのリンクをクリックします。
7 「手順」が見えるまでスクロールダウンします。

# チューンレポート

各オートチューン終了時に、システムがチューンレポートを印刷します。[ ファイル ] メニューからチューンレポートを手動で印刷できます。

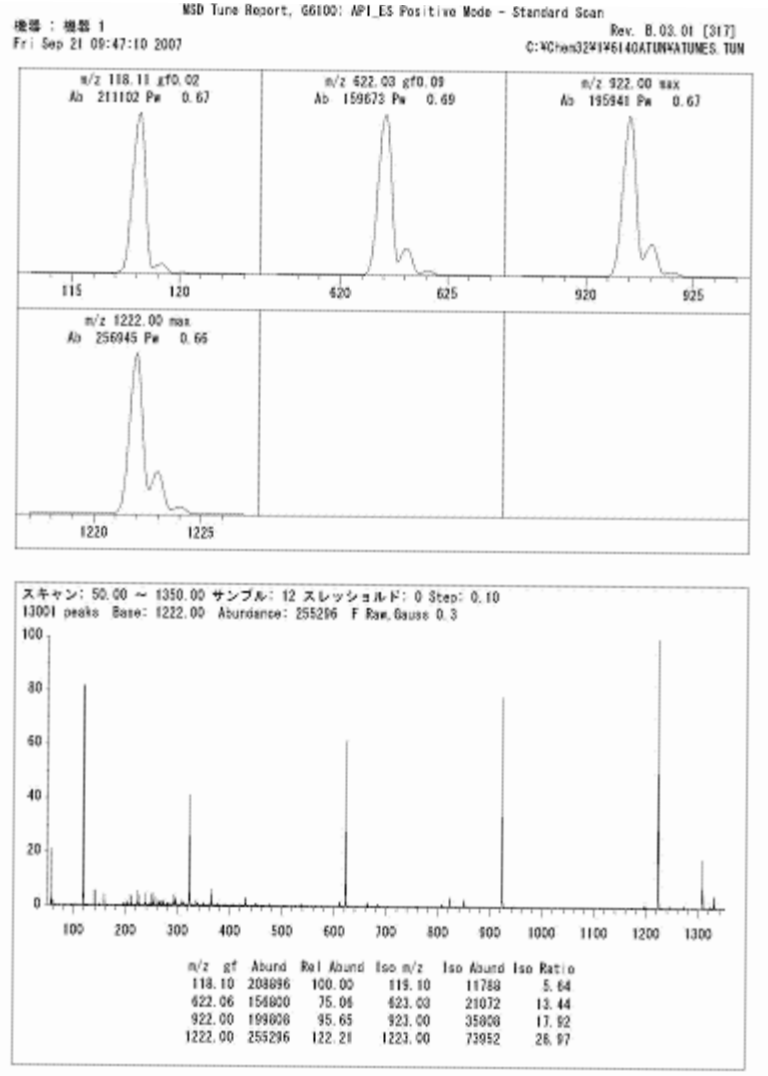



図 16　　チューンレポート (1/4 ページ)

# ゲインキャリブレーション

ゲインキャリブレーションは、メソッド開発と汎用性を簡素化する手段で、電子増倍管電圧を設定します。ゲインキャリブレーションは、オートチューン中に自動的に行われます。マニュアルチューニング中にも、ゲインキャリブレーションの確認と調整を行えます。

## ゲインとは

HED 電子増倍管 (EM) はイオンが当たって生成された入力電流を受け取り、その電流を増幅して、比例した出力電流を生成します。

*ゲイン = 出力電流 / 入力電流*

ゲインのコントロールは、電子増倍管電圧 (EMV) によって行われます。EMV が高くなるほど、ゲインが高くなります。EMV とゲインは、対数線形の関係です。この直線関係は、一般的なすべての倍増管で共通です。この直線の傾斜は一定であるため、ゲインを設定するために、ソフトウェアは切片値だけを調整します。ゲインキャリブレーションルーチンでは、指定の機器の切片値が調整するだけです。その後、機器固有のゲイン曲線係数は MS に保存されます。

## ゲイン検量線

乗数の範囲にわたる控え目な乗数設定で生成されたイオン電流の測定値を読むことで、ゲイン検量線が作成されます。個々のゲイン検量線は、陽極性と陰極性用に作成されます。これは、これら 2 つのモードで作成されるイオン電流がある程度異なるためです。1 のゲインは、1e6 に設定されます。つまり、検出器の入力側に当たる 1 つの電子が、出力側では 1e6 になります。両極性または現在の極性でゲインのチェックをできます。

## ゲインとメソッドの汎用性

ゲインを使用することで、機器間でメソッドを共有できます。原理上、2 台の異なる機器に同じゲインを使用すると同じシグナルレスポンスになるため、異なる機器間でのメソッド開発を簡単にします。EMV とゲインの関係は対数線形であるため、ゲイ

ンが 2.0 である場合には ゲイン 1.0 のアバンダンスの 2 倍になるはずです。

### ゲインが高いことが必ずしも良いことではありません

一般的に、十分なアバンダンスを生成できる最小ゲインで検出器を用いるのが最善です。ゲインが高いとシグナルは増大されますがノイズも増大し、多くの場合 S/N 比が低下します。ゲインが増えると EMV が増加します。高い EMV は電子増倍管 (EM) の寿命を短くします。EMV の最大値は 3000 eV で、これは設定してもゲインはかわりません。ゲインが 70 以上である場合には 3000 eV の設定となります。

電子増倍管 (EM) は経年によって、徐々にと効率が低下します。あるイオン電流入力値に対して生成される出力電流 （アバンダンス）が徐々に低くなります。電子増倍管 (EM) の経年によって低くなったアバンダンスは、イオン生成やイオン透過が良くない （イオン電流入力値が低い）ことによる低アバンダンスとの区別が容易ではありません。イオン生成やイオン透過が良くない場合には、電子増倍管 (EM) が以前のゲインで実際に正しく動作している場合でも、ゲインを増やす （それにより EMV が増える）ことにより補正したくなるかもしれません。ゲインを増やすとアバンダンスは改善されますが、S/N 比が低下して電子増倍管 (EM) の寿命が短くなる可能性があります。

### ゲインキャリブレーションの確認

*この機能には、[MSD チューン] ビューの [ チューン ] メニューからアクセスします。*

ゲインキャリブレーションの確認中、イオン電流が測定され、現在の極性に関する現在のゲイン検量線に対してチェックされます。許容リミットの範囲内にある場合には、その極性の検量線は変更されません。読み取り値がリミットを超えると、新しいゲインカーブが作成されます。ゲイン 1 という設定は、1e6 であると設定されます。つまり、検出器の入力側に当たる 1 つの電子が、出力側では 1e6 になります。この値が、電子増倍管 (EM) のパフォーマンスや機器のパフォーマンスを低下することを示す 2600 ボルトを超えると、システムメンテナンスが必要であるという警告が出されます。

# 3 データ取り込み

メソッドの使用 54
[ メソッド & ランコントロール ] ビュー 54
メソッドの読み込み、編集、保存 56
メソッドの編集に関する詳細 57
サンプルを分析する 60
シングルサンプルを分析する 61
シーケンスを実行する 62
フローインジェクションアナリシス 65
分析をモニタリングする 68
オンラインシグナルプロット 68
クイックメソッドの概要 69
ログブック 69
機器シャットダウン 71

この章では、サンプルの分析とデータの取り込みに役立つコンセプトを学習します。この章では、ハードウェアとソフトウェアがインストールされ、機器は設定され、性能は検証されていると仮定します。これが完了されていない場合、『*Agilent 6100 シリーズシングル四重極 LC/MS システムインストールガイド*』を参照してください。

# メソッドの使用

## [ メソッド & ランコントロール ] ビュー

図 17 のように、[ メソッド & ランコントロール ] ビューから、メソッドを設定し、分析を実行します。

ChemStation メソッドは、データ取込中の機器をコントロールします。メソッドを準備する最も簡単な方法は、同様のメソッドを読み込み （または、**DEF_LC.M** を読み込み）、新しい名前で保存し、それを変更 （編集）して、それを再び保存することです。次に、そのメソッドを使用して、シーケンスから 1 つのサンプルまたは複数のサンプルを実行できます。

1 回の分析でマルチ注入を行うフローインジェクションアナリシス (FIA) 用にメソッドも設定できます。

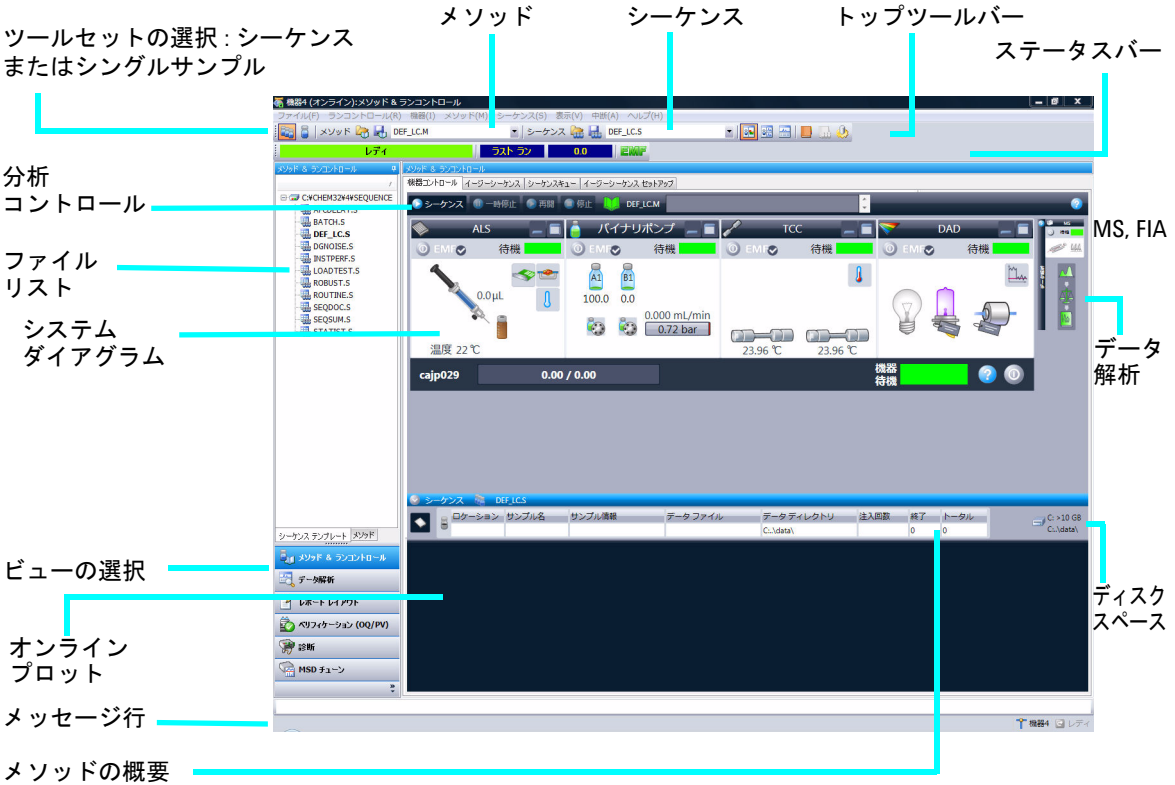
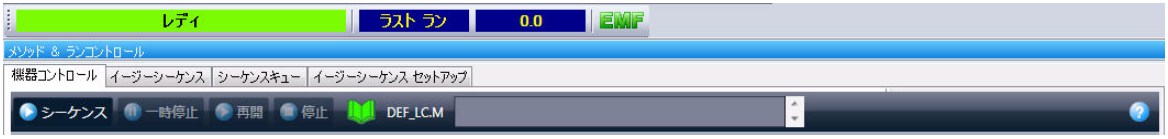



図 17　　このビューで、メソッドを設定し、機器設定値を規定し、サンプルを注入します。

**ステータスバーとランバー : メインタブ**　[ メソッド ] アイコンを右クリックし、次のコマンドを表示します。ラン タイム チェックリスト、メソッド情報、メソッド全体の編集、メソッド監査証跡、メソッド印刷、およびヘルプ。



# メソッドの読み込み、編集、保存

メソッドを用いて作業する必要がある場合、必要な機能にアクセスする方法がいくつかあります。

- **[ メソッド ]** メニューから選択して、メソッドの読み込み、編集、保存、印刷を実行。
- ランコントロールバーにある [ メソッド ] アイコン を使用。

  アイコンを右クリックし、コンテキストメニューにアクセス。
- ツールバーまたはメソッドドロップダウンリストの使用。

  メソッドのすべてのツールを表示する（あるいは、対話式でシングルサンプルを分析する）場合、図 18 に示したように、まず **[ シングルサンプル ] ツールセット**のアイコンをクリックします。

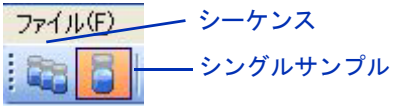



図 18　　ツールセットの選択

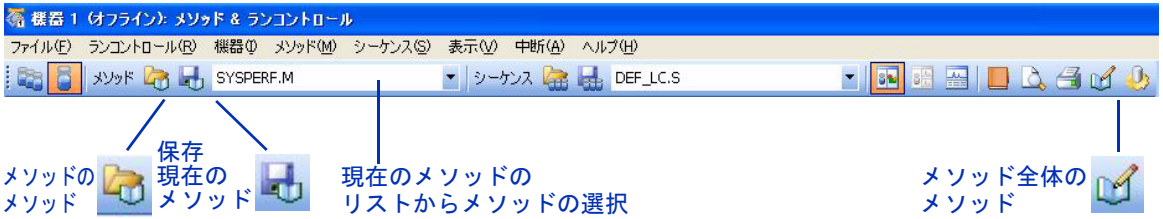



図 19　　**[ シングルサンプル ]** ツールセットのアイコンをクリックすると、メソッドを用いて作業するためのツールにアクセスします。

- [ メソッド&ランコントロール ] ビューの左側にある ChemStation エクスプローラ画面を使用します。

  下部にある **[ メソッド ]** タブをクリックし、メソッドファイルを表示します。

  メソッドを読み込むには、それをダブルクリックします。

  [ メソッド読み込み ] などのオプションを含むコンテキストメニューを表示するには、白色の領域で右クリックします。

# メソッドの編集に関する詳細

メソッドを編集する方法はたくさんあります。新しい分析に対して新規メソッドを作成する必要がある場合、すぐ下で説明するように、メソッド全体を確認して編集することが最善です。既存のメソッドに対して少ししか変更を加えたくない場合、58 ページの「メソッドの一部を編集する」で説明されるように、変更する必要のある設定値だけを編集することが最も簡単です。

## メソッド全体を編集する

**[ メソッド ]** メニュー、ランコントロールバーの **[ メソッド全体の編集 ]** アイコン、またはステータスバー内の **[ メソッド ]** アイコンを使用してメソッド全体を編集できます。メソッド全体を編集することを選ぶ場合、適切なダイアログボックスが連続して表示されます。最初のダイアログボックス（図 20）では、表示および編集するメソッドの部分を選択できます。メソッドを編集する際に詳細情報が必要な場合は、各ダイアログボックスの **[ ヘルプ ]** ボタンをクリックします。

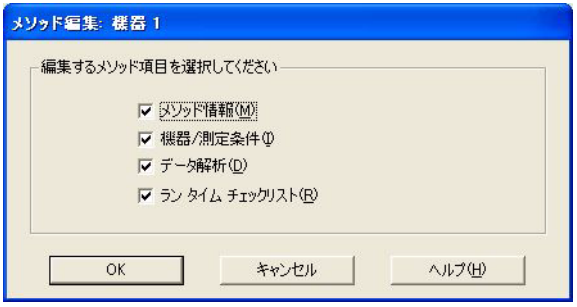



図 20　　表示および編集できるメソッドの部分

図 20 に記載された最後の項目の [ ライタイムチェックリスト ] により、分析を行う際に、ソフトウェアがメソッドのどの部分を実行するかをコントロールします。図 21 で示したとおり、完全なメソッドにはデータ取込とデータ解析の両方を含めることが可能です。

**注記**　　**メソッドの編集後は、必ず保存してください。**

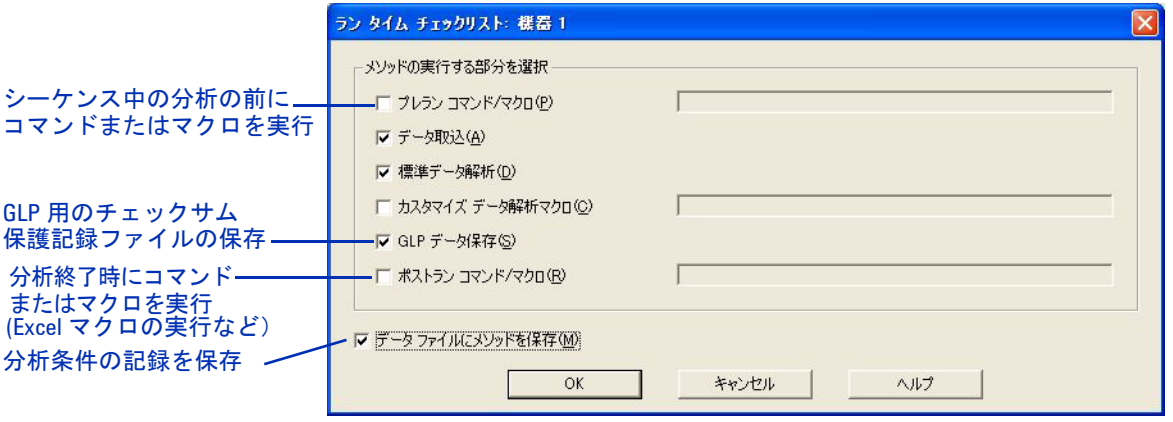



図 21　　ランタイムチェックリスト

## メソッドの一部を編集する

データ取込メソッドのほんの少しの設定値しか変更する必要のない場合、メソッドの一部を編集できます。システムダイアグラム （(図 22) または **[ 機器 ]** メニューのいずれかから行えます。

図 22　　システムダイアグラム内のモジュールをダブルクリックして、設定を変更できるコンテキストメニューにアクセスできます。

**注記**　　機器設定値の変更後は、メソッドを必ず保存してください。

MSD パラメータにアクセスするには、下表を参照してください。

表 1　　MSD を設定するためのタスク

| **実施す内容 :** | **MS アイコンをクリックし、このメニュー項目を選択 :** | **または、*[ 機器 ]* メニューから以下を選択** |
|---|---|---|
| スキャン範囲または SIM イオンの設定 | MSD シグナルの設定 | MSD シグナルの設定 |
| 機器極性の設定 | MSD シグナルの設定 | MSD シグナルの設定 |
| ドライガス流量、温度、ネブライザ圧力の設定 | スプレーチャンバ | More MSD > Spray Chamber |
| キャピラリ電圧の設定 | スプレーチャンバ | More MSD > Spray Chamber |
| 分析中に保存する MSD パラメータを選択する | データカーブ | More MSD > Data Curves |

# サンプルを分析する

LC/MS ChemStation には、サンプルを分析する方法が 3 つ用意されています。

- シングルサンプルを対話式で分析し、1 つのデータファイルを作成します。
- シーケンスによりサンプルを分析し、各サンプルのデータファイルを作成します。
- FIA により、1 つのデータファイル内でマルチ注入を行います。

FIA = フローインジェクション アナリシス

同じメソッドを使用して、シングルサンプルまたはシーケンス中の複数のサンプルのいずれかを分析できます。

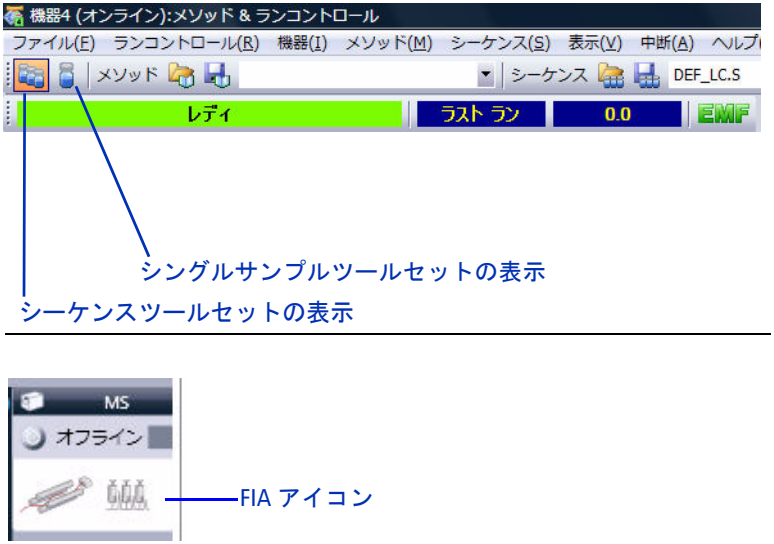



図 23　サンプルを分析するために、まず適切なアイコンをクリックします。

FIA では、同じ分析内でのマルチ注入を可能にするように、メソッドを変更する必要があります。

# シングルサンプルを分析する

メソッドを設定および保存したら、下に示すようにシングルサンプルを対話式に分析する準備が整います。まず、アイコンをクリックして、**[ シングルサンプル ]** ツールセットを表示します。

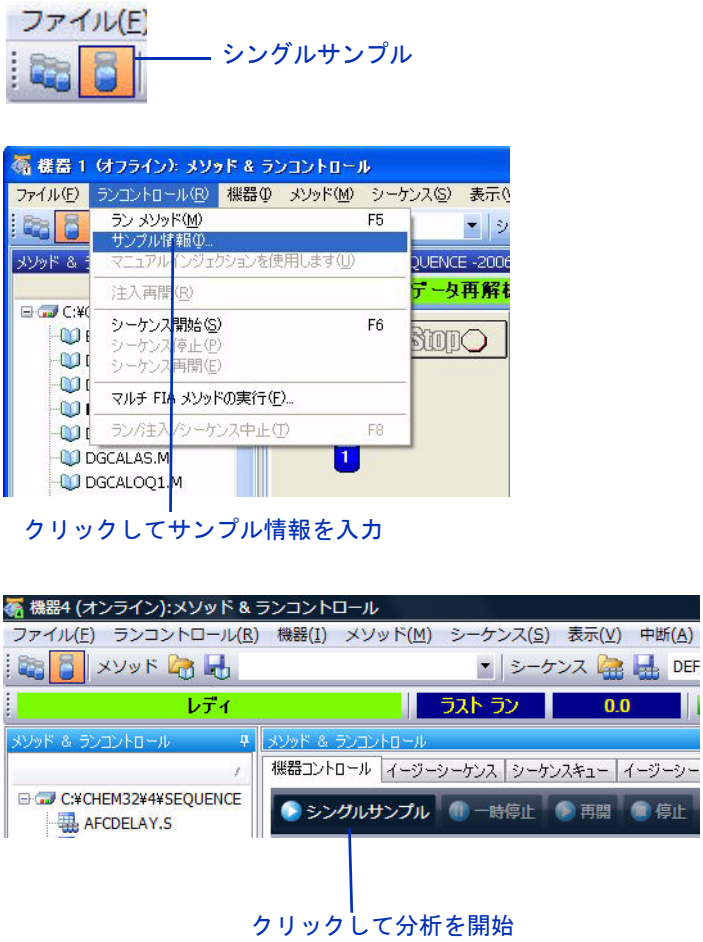



図 24　　サンプル情報入力と分析開始の方法

# シーケンスを実行する

自動のシーケンスでサンプルを分析するには、まずアイコンをクリックして、**[ シーケンス ] ツールセット**を表示します。左の [ シーケンス ] アイコンにより、[ シーケンス ] ツールセットとサンプルトレイを表示するサンプルダイアグラムにアクセスします。

図 25　　シーケンスツールセット選択のアイコン

## シーケンスの読み込み、編集、保存

シーケンスの読み込み、編集、保存、印刷を行う必要がある場合、必要な機能にアクセスする方法がいくつかあります。

- **[ シーケンス ]** メニューからの選択。

図 26　　**[ シーケンス ]** メニューから、シーケンスの読み込み、編集、保存、印刷が可能

- ツールバーまたはシーケンスドロップダウンリストの使用。

図 27　　シーケンスで機能するツール

- [ メソッド & ランコントロール ] ファイルリストの使用。必要に応じて、まず、最下部の **[ シーケンス ]** タブをクリックします。白色の領域で右クリックしてメニューを表示したり、シーケンスをダブルクリックしたりして読み込めます。
- サンプルダイアグラムをクリックして、メニューにアクセスします。

### シーケンスの編集に関する詳細

シーケンスを編集する場合、以下のダイアログボックスが適用されます。

- シーケンスパラメータ - データファイルパス、分析するメソッドの一部、システムをシャットダウンするポストシーケンスコマンド / マクロなどの情報を入力できます
- シーケンステーブル - サンプルリストとキャリブレーション情報が含まれます
- シーケンス出力 - レポート （サンプル結果とシーケンスサマリ）の印刷をコントロールします
- シーケンスのインポート - テキストファイル (**.txt**) や、Microsoft Excel で作成されたコンマ区切りファイル (**.csv**) などのカンマ区切りファイルから、サンプルテーブルをインポートできます

**注記**　　シーケンスを編集した後、必ず保存してください。

## シーケンスを開始する

シーケンスと使用するメソッドを設定し、保存した後、シーケンスを実行する準備は整います。図 28 のように、ソフトウェアには、シーケンスを開始する方法が複数用意されています。

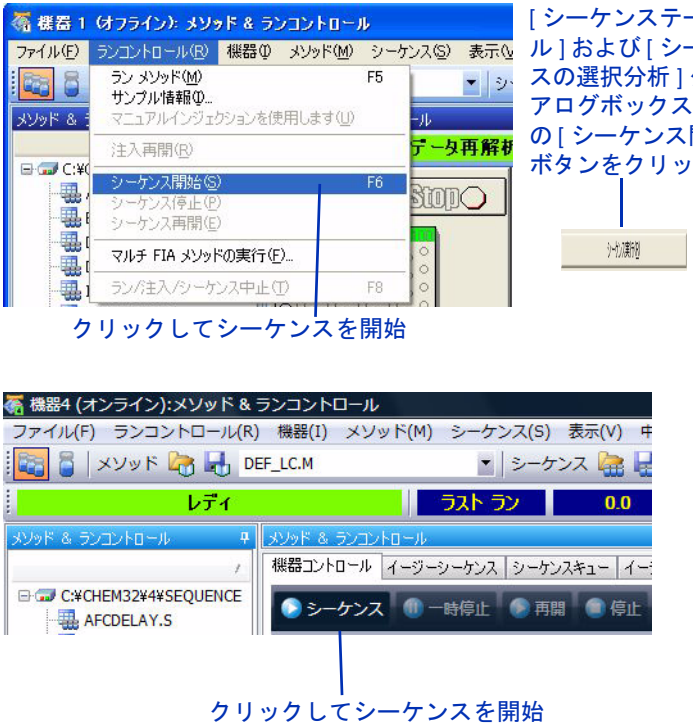



図 28　　シーケンスを開始する複数の方法

# フローインジェクションアナリシス

フローインジェクションアナリシス (FIA) は、同じ分析内での複数サンプルの注入で、カラムなしで行います。以下のような MS パラメータを最適化する場合に、FIA は非常に便利です。

- ドライガス流量と温度 （移動相と流量の他、イオン化モードにも依存）
- ネブライザ圧力 （移動相と流量の他、イオン化モードにも依存）
- フラグメンタ電圧 （化合物の構造に依存）

FIA は、化合物感度や直線性を素早く確認することや、分離せずに分析を行う場合にも便利です。

## メソッド内で FIA を設定する

**[ メソッド ]** メニューまたは **[FIA]** アイコンのいずれかから、FIA をメソッドに追加できます （図 29 を参照してください）。

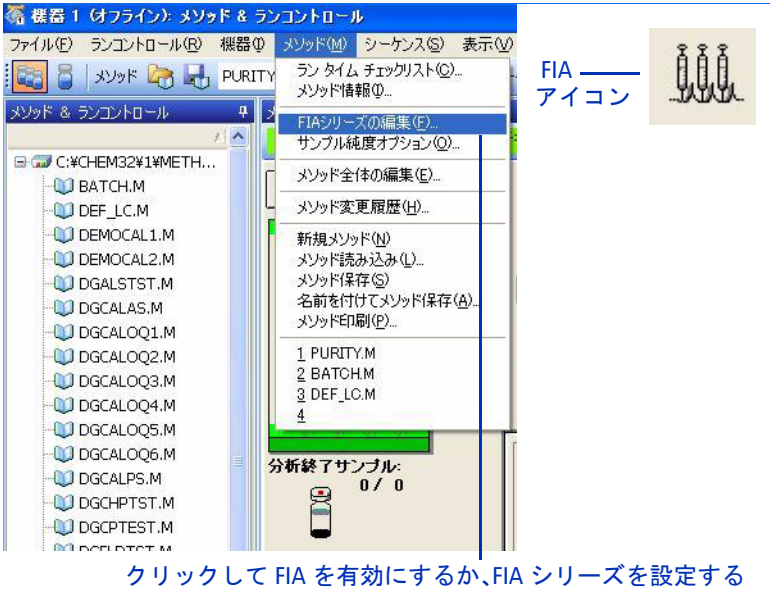



図 29　　メソッド内で FIA を有効にする 2 つの方法

**シングルサンプルを用いて設定値を最適化する** [FIA シリーズの編集 ] ダイアログボックスには、FIA テーブルを自動的に作成できるようにするオートフィル機能があります。MSD パラメータを 2 個まで選択した後、その設定値を自動的に増加できます。図 30 の例のように、この機能により、設定値を最適化するための FIA の設定が簡単になります。設定値を後で追加する場合、[ 行挿入 ]/[ 行追加 ] 機能を使用できます。

**注記**

**ガス温度などの一部のパラメータは、設定値に到達するのに時間を要します。これらの場合、各設定値でマルチ注入を行い、注入の間の時間を長く割り当てます。**

図 30 FIA シリーズは、MS パラメータを最適化する便利な方法です。例では、フラグメンタ電圧のテストを示します。

**複数サンプルを注入する**　複数サンプルを注入して、感度や直線性を確認する必要がある場合、[FIA シリーズの編集 ] ダイアログボックス内のオートフィル機能も使用できます。この場合、MS パラメータを一定に保ち、バイアル番号だけを増加させます。もう 1 つの方法として、[ 行挿入 ]/[ 行追加 ] 機能を使用して、サンプルを追加できます。図 31 には、直線性確認に関する FIA の例を示します。

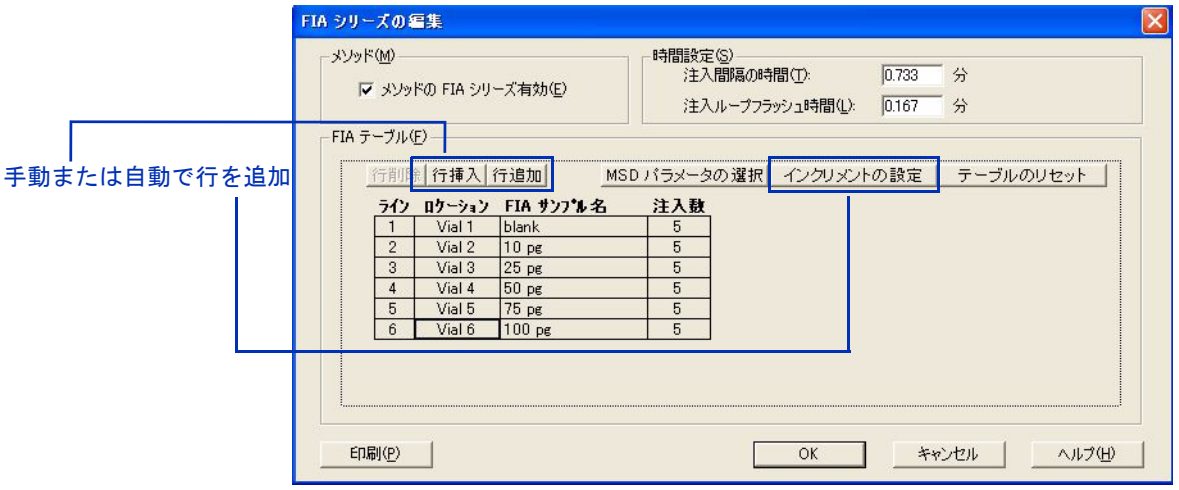



図 31　純粋なサンプルでは、FIA シリーズを使用して、感度や直線性を確認できます。例では、直線性の確認を示します。

## 複数の FIA メソッドを実行する

テストする化合物が複数あるか、より複雑なメソッド開発を行う必要がある場合、シーケンスに似ている、一連の FIA メソッドを実行できます。**[ ランコントロール ]** メニューにより、この機能にアクセスします。

# 分析をモニタリングする

## オンラインシグナルプロット

分析中、図 32 のようにオンラインシグナルを表示できます。（**[ 表示 ] > [ オンラインシグナル ]** を選択します。）

シグナル表示の左下にある矢印の付いた小さなボックスをクリックして、個別のウィンドウとしてオンラインプロットを表示できます。より多くのシグナルを表示できるようにウィンドウを大きくする場合に、この機能が便利です。

オンラインプロットに関して、どのシグナルを表示するかを選択し、x 軸と y 軸のスケールを調整できます。

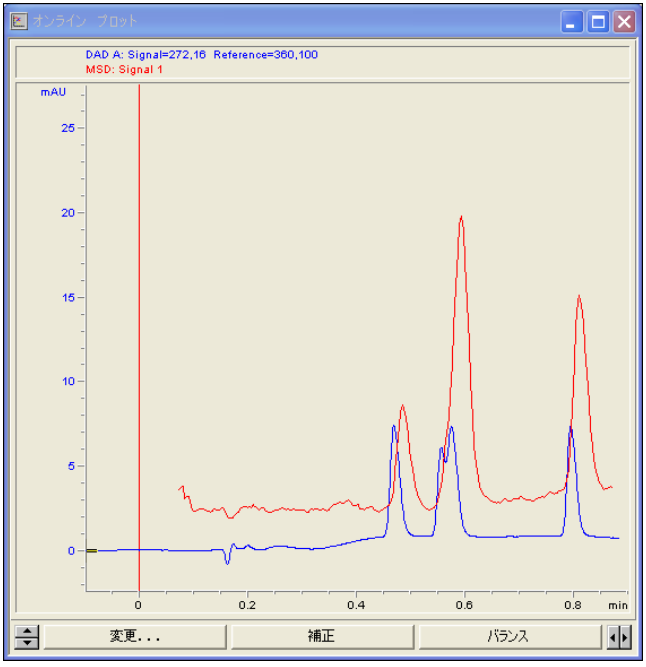



図 32　　オンラインプロット

# クイックメソッドの概要

オンラインプロットのすぐ右に、メソッドパラメータの簡単な概要が表示されます。LC、MS、データ解析の設定を含み、どのタイプの設定を表示するか選択できます。各パラメータをクリックして、パラメータを変更するダイアログボックスを表示できます。

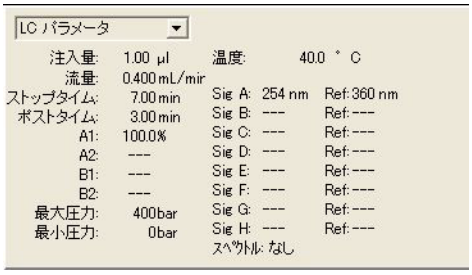



図 33　　LC 設定を表示するクイックメソッドの概要

# ログブック

[ メソッド & ランコントロール ] ビューのいくつかのログブックが重要です。図 34 で示すように、[ 表示 ] メニューまたはログブックアイコンからログブックを表示できます。

## 現在のログブック

現在のログブックはすべてのエラーとイベントメッセージを保存し、一般情報やトラブルシューティングにとって役立ちます。ChemStation のスタートアップやシャットダウン、シーケンスやメソッドの読み込み、シーケンスやメソッドの実行などのイベントのログを取ります。

ログファイルは、**CHEM32** の機器フォルダの一時フォルダ (**C:\CHEM32\1\TEMP** など) に、**INSTR*x*.LOG** （ここで、***x*** は機器番号）として存在します。

## 分析ログブック

**RUN.LOG** は、特定サンプルの分析に関連するすべてのメッセージを保存します。これは、データファイルフォルダに存在します。これを使用して、サンプルが正しく処理されたか確認できます。

## シーケンスログブック

シーケンスログブックには、シーケンス実行時に何が起こったかを示します。これを使用して、無人操作中に起こったエラーのトラブルシューティングを行えます。

ログファイルは、***sequencename*.LOG** （ここで、***sequencename*** は ChemStation シーケンスの名前）として存在します。シーケンスが実行されるごとに、ソフトウェアは、通常、機器フォルダ内の **DATA** フォルダ (**C:\CHEM32\1\DATA** など) にログファイルを作成します。

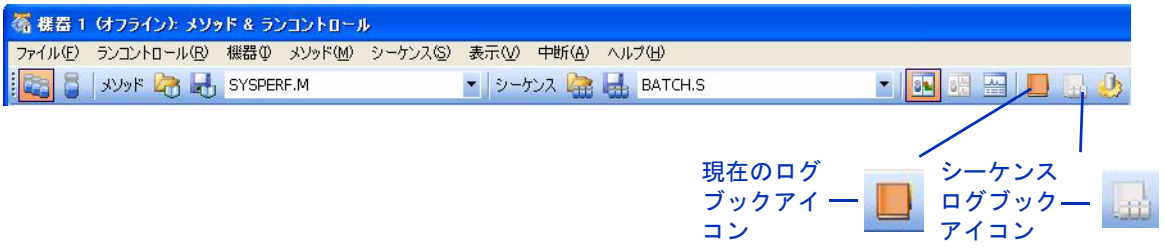



図 34　　アイコンを使用してログブックを開く方法

# 機器シャットダウン

分析終了時に、翌日までにそれ以上サンプルを分析する予定がない場合、以下の操作を行うことが重要です。

- 緩衝液を含まない移動相を用いてシステムをフラッシュします。
- システムをスタンバイモードにします。

詳細は、『*Agilent 6100 シリーズ四重極 LC/MS システムクイックスタートガイド*』の「基本機能」のセクションを参照してください。

# 4 データ解析

[ データ解析 ] ビュー 74
クロマトグラムの読み込みと処理 76
シグナルを読み込む 77
クロマトグラム表示からシグナルを削除する 81
クロマトグラムの表示方法を変更する 81
スペクトルの使用 83
スペクトルを表示する 84
ピーク純度 85
定量を実行する 86
ピークを積分する 86
キャリブレーション 88
データレビューとシーケンス再解析 90
ナビゲーションテーブル 90
バッチレビュー 90

この章では、データを解析するのに役立つコンセプトを学習します。データ解析に関連したコンセプトの詳細は、以下の 2 つのマニュアルを参照してください。

- *Agilent ChemStation:ChemStation の概要*
- *LC 3D システム用 Agilent ChemStation: スペクトルモジュールの理解*

ダイアログボックスやツールボックスについてのさらに詳細なタスク関連情報と仕様に関しては、オンラインヘルプを参照してください。ツールバーのすべてのボタンの説明は、オンラインヘルプで **[ ユーザーインタフェースリファレンス ]** をダブルクリックした後、**[ ツールバー ]** をダブルクリックします。

# [ データ解析 ] ビュー

図 35 に示した [ データ解析 ] ビューには、定性および定量データ解析用のすべてのツールが用意されています。このビューでは、以下の操作を行えます。

- クロマトグラムとスペクトルの評価
- MS と UV 両方の検出器からのシグナルの表示と比較
- ピークの積分と定量の実行
- ピーク純度を調べます
- デコンボリューションの実行 （オプションの Agilent LC/MSD デコンボリューションおよび生物分析ソフトウェアを用いて）
- 定義済みレポートテンプレートからレポートの作成
- シーケンスからのデータの再解析

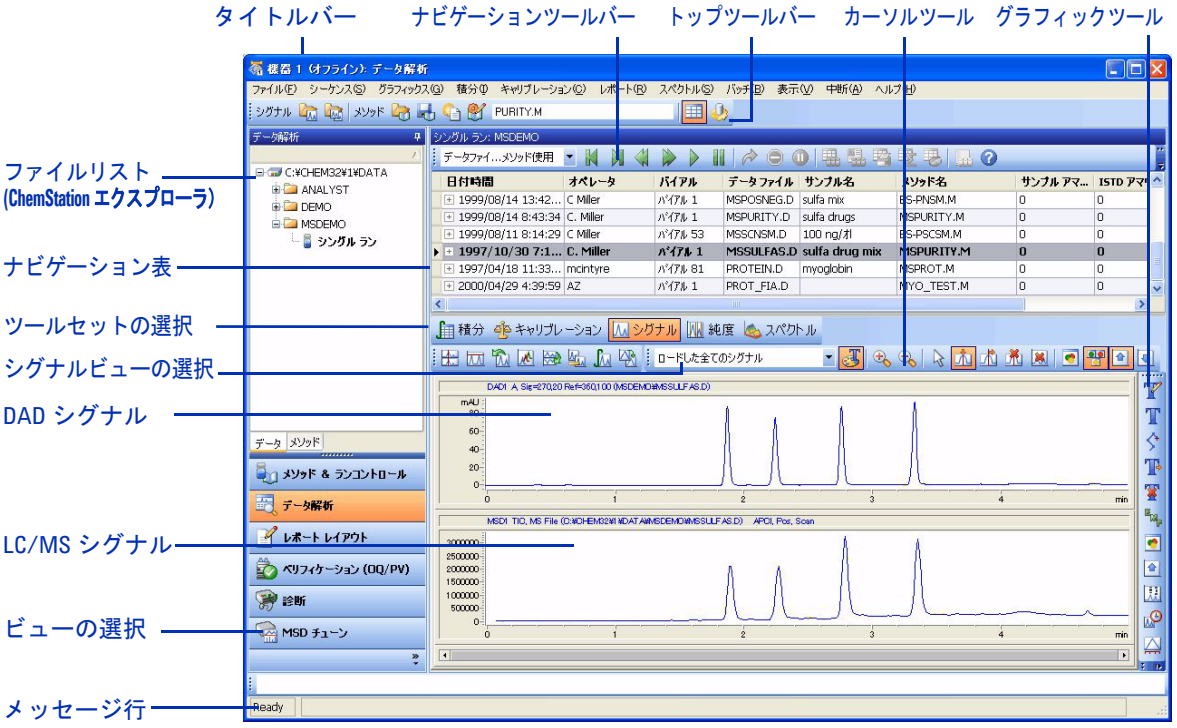



図 35　[ データ解析 ] ビューには、定性および定量分析用のメニューやツールが用意されています。

# クロマトグラムの読み込みと処理

*ChemStation ソフトウェアでは、クロマトグラムはシグナルと呼ばれます。*

ChemStation ソフトウェアは、同じデータファイルに複数のシグナルを保存します。シグナル例は、MS クロマトグラムと UV クロマトグラムです。

多くの分析で、異なる検出器や異なる機器設定からの結果を比較できることや、さまざまなサンプルからの結果を比較できることが重要です。ChemStation ソフトウェアにより、データファイル内やデータファイル間で、シグナルの読み込みと比較を行えます。たとえば、データファイル内で、UV と MS データや、2 つの異なるフラグメンタ設定やイオン極性の MS の読み込みと評価を同時に行えます。複数のサンプルからのデータファイルを読み込み、リテンションタイムとピークを比較できます。

TIC - トータルイオンクロマトグラム
EIC - 抽出イオンクロマトグラム
BPC - ベースピーククロマトグラム

MS データに利用できる特殊なクロマトグラムには、以下のものが含まれます。

- トータルイオンクロマトグラム (TIC) - 各時点でのすべてのイオンを合計したクロマトグラム
- 抽出イオンクロマトグラム (EIC) - 選択した *m/z* 値または一連の値のクロマトグラム
- ベースピーククロマトグラム (BPC) - データファイル内の各スペクトルの最大ピークのアバンダンスに相当するクロマトグラム

トータルイオンクロマトグラムとベースピーククロマトグラムは、サンプル中のすべてのクロマトグラフピークを検出するのに便利です。これらの特異性のため、抽出イオンクロマトグラムは定量に最適です。これらを、クロマトグラフピークの純度確認にも使用できます。クロマトグラフピークが複数の成分から構成される場合、EIC は一列に並ばないことがよくあります。

# シグナルを読み込む

## シグナルの読み込み方法

クロマトグラム （シグナル）は、以下の方法で読み込めます。

- [ ファイル ] メニューからの選択

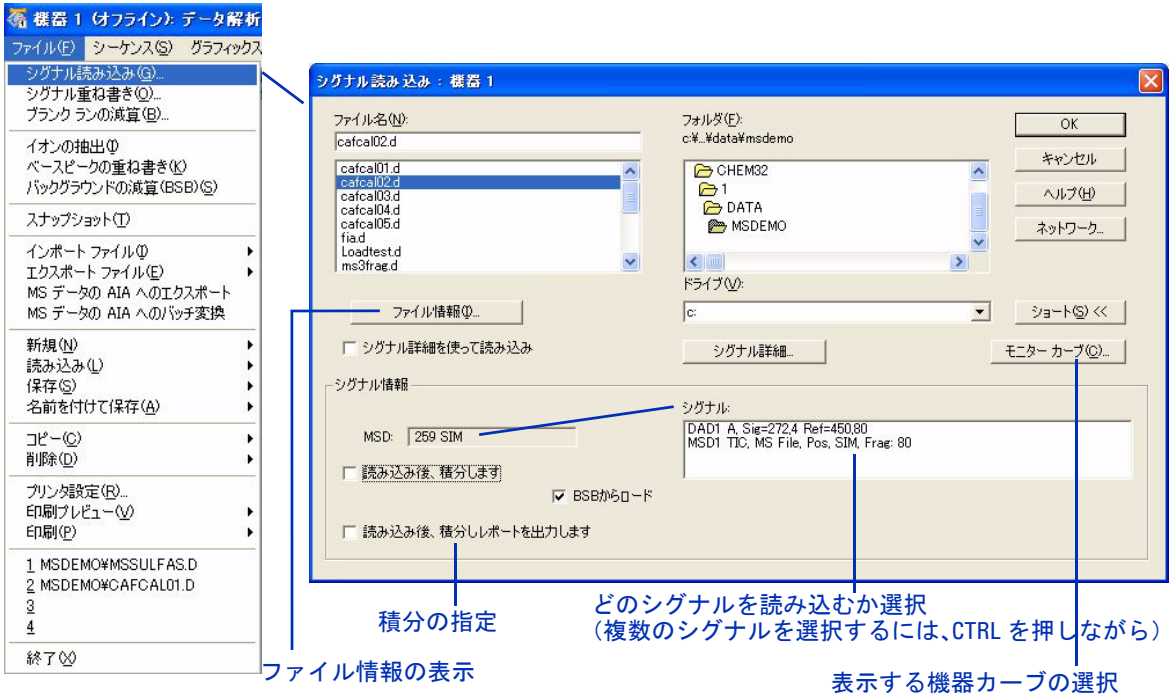



図 36　シグナル読み込みダイアログボックスにより、どのデータファイルとシグナルを読み込むかを選択できます

- トップツールバーの使用

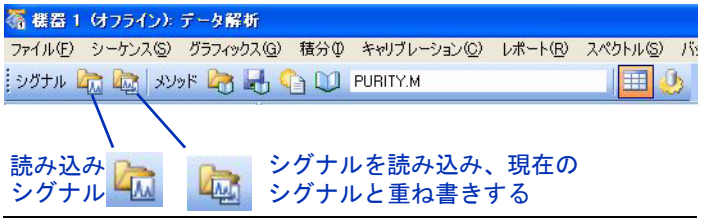



図 37　　シグナルを読み込むツール

- ChemStation エクスプローラのデータファイルリストの使用

（必要に応じて、まず、最下部の **[ データ ]** タブをクリックします。）

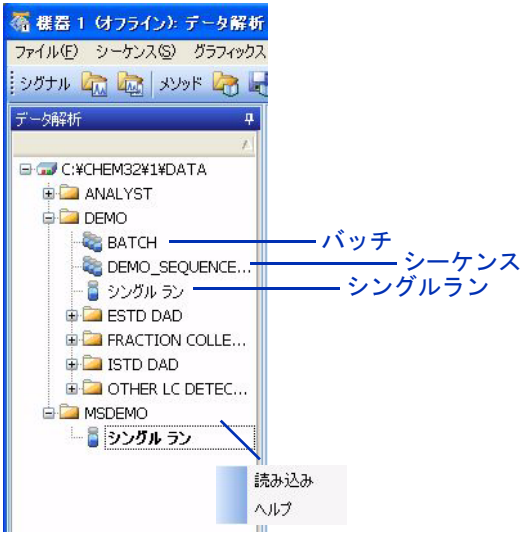



図 38　　バイアルを右クリックしてメニューを表示するか、バイアルをダブルクリックして複数のデータファイルを読み込めます。

## 選択を絞り込む

一旦、データファイルまたは複数のファイルにシグナルを読み込むと、図 39 および図 40 に示すように、選択を調整できます。

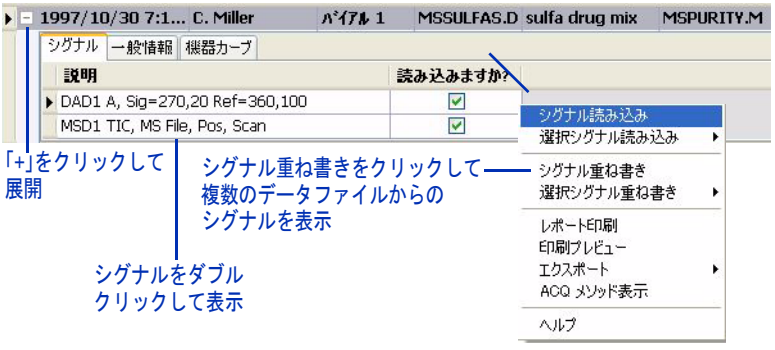



図 39　シグナル （左）をダブルクリックするか、右クリックし、右にメニューを表示することで、特定のシグナルを表示できます。

図 40　シグナルリストから選択することで、特定のシグナルを表示できます。

## シグナルについて詳しく

1 つのデータファイルからシグナルを読み込むことに加えて、**[ ファイル ]** メニューを使用して複数のファイルからシグナルを読み込んだり、抽出イオンクロマトグラムとバックグラウンド減算されたクロマトグラムを表示したりできます。

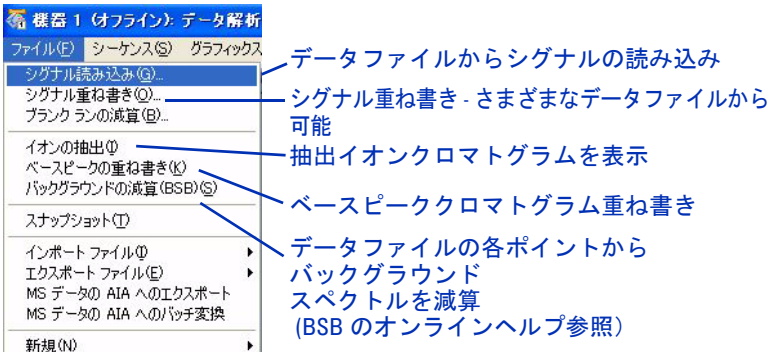



図 41　**[ ファイル ]** メニューには、クロマトグラムを読み込み、バックグラウンド減算を行う方法が用意されています。

*ChemStation ソフトウェアでは、「重ね書き」は複数のシグナルを同時に読み込むことを意味します。*

**[ ファイル ]** メニューの **[ シグナル重ね書き ]** により、異なるサンプルや注入からのシグナルを比較できるため、わずかな違いを調べることが可能です。用語「重ね書き」は、同じウィンドウにシグナルを重ねて表示するという意味を含むことがあることに注意してください。実際には、[ シグナル ] ツールセット、[ 純度 ] ツールセット、[ グラフィック ] ツールセットからアクセスするボタンを用いて、表示をコントロールします。これらのボタンは、以下のとおりです。

**重ね書き表示**
**([ グラフィック ] ツールセットのこのボタンにより、重ね書きと個別を切り替えます。)**

個別表示

# クロマトグラム表示からシグナルを削除する

同時にあまりに多くのシグナルを表示する場合、個々の表示が小さくなりすぎるか、見づらくなる可能性があります。そのような場合は、以下のいずれかの方法でシグナルを画面から除去できます。

- **[ 表示 ] > [ ウィンドウファンクション ] > [ ウィンドウ削除 ]** を選択する。
- クロマトグラム表示からシグナルを削除できる [ シグナル ] ツールセットと [ 純度 ] ツールセットのツールを使用する。

# クロマトグラムの表示方法を変更する

データを解析する場合、データ表示を制御すると非常に便利です。たとえば、個別のウィンドウにクロマトグラムを表示させたい、あるいは、1 つのウィンドウに重ね書きさせたい場合があります。個別のウィンドウは 同じ分析の UV および MS クロマトグラムを表示するのに適しています。2 つの複雑なサンプルのわずかな違いを比較する必要のある場合、重ね書きウィンドウが適しています。

拡大 / 縮小、注釈の追加、クロマトグラム (UV および MS クロマトグラムなど) の調整、リテンションタイムと積分ベースラインが表示されるかどうかのコントロールなどでできることも便利です。

クロマトグラムの表示は、以下のようにカスタマイズできます。

- **[ グラフィック ]** メニューからの選択

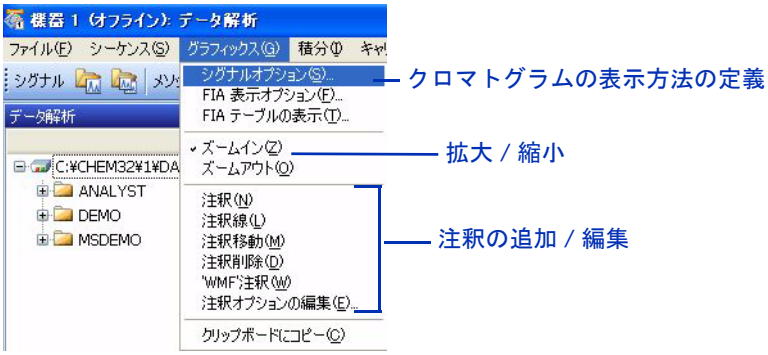



図 42　**[ グラフィック ]** メニューには、クロマトグラムの表示を変更する方法が用意されています。

- 以下で説明されるツールセットの使用
  - グラフィックスツールセット

    グラフィックツールには、シグナル表示を変更する方法が用意されています。注釈を追加し、化合物名、リテンションタイム、ベースラインタイトル、軸などを表示するかを変更できます。ウィンドウを印刷したり、それをクリップボードにコピーできます。

    [ グラフィック ] ツールセットを表示するアイコンは、[ データ解析 ] ウィンドウの中央近くにあります。

  - シグナルツールセット

    シグナルツールにより、クロマトグラム表示を変更できます。個別表示から重ね書きへの変更、x 軸と y 軸の調整、フルスケールまたは同じスケールでのシグナル表示、クロマトグラムのスムージング、クロマトグラムの減算 （ブランクラン減算など）、クロマトグラム上で他の操作の実行などが可能です。

# スペクトルの使用

ChemStation ソフトウェアを用いて、UV とマススペクトル両方を表示できます。

*ChemStation ソフトウェアでは、バックグラウンドスペクトルはリファレンススペクトルと呼ばれます。*

MS データでは、クロマトグラムの各ポイントに関連するマススペクトルがあります。1 つのスペクトル、平均スペクトル、バックグラウンド減算スペクトルを表示できます。LC/MS データでは、一般的に、各分析対象成分のスペクトルからバックグラウンドスペクトルを減算します。バックグラウンドスペクトルを減算する場合、移動相や他のバックグラウンドに起因するイオンを削除します。

UV シグナルでは、保存モードによって、ピーク頂点だけか、ピーク全体にわたるスペクトルがあるかもしれません。メソッドの UV 検出器部分を設定する際に、**[ 保存 ]** を **[ すべて ]** に設定した場合に限り、クロマトグラムの各ポイントに対するスペクトルがあります。

# スペクトルを表示する

以下のように、異なるいくつかの方法でスペクトルを表示できます。

- **[ スペクトル ]** メニューからの選択

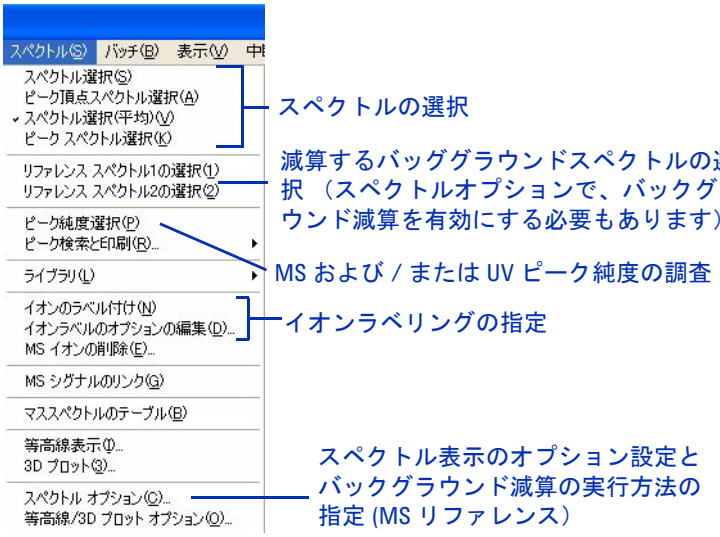



**図 43　[ スペクトル ] メニューには、スペクトルを選択および表示する方法が用意されています。**

- 以下で説明されるツールセットの使用
  - スペクトルツールセット

    スペクトルツールはスペクトルの表示や評価に役立ちます。スペクトルの選択 （バックグラウンドスペクトルを含む)、拡大 / 縮小、ライブラリへのスペクトルの保存、スペクトルライブラリの検索、スペクトルオプションの設定、純度分析のためのクロマトグラフピークの選択、スペクトルに関連するその他のタスクの実行などが可能です。
  - 計算ツールセット

計算ツールにより、スペクトルの乗算、加算、減算が可能です。[ スペクトル ] ツールセットの一部である、ここに示したアイコンからアクセスします。

## ピーク純度

多くの分析では、クロマトグラフピークが 1 つの成分に相当するか、あるいは複数の成分に相当するかを知ることが重要です。ChemStation ソフトウェアを使用すると、UV または MS データ（あるいはその両方）を用いて、ピーク純度を評価できます。

開始するには、**[ スペクトル ] > [ ピーク純度の選択 ]** を選択します。ピーク純度についての詳細コンセプトは、『*LC 3D システム用 Agilent ChemStation: スペクトルモジュールの概要*』を参照してください。

# 定量を実行する

ESTD - 外部標準キャリブレーション
ISTD - 内部標準キャリブレーション

定量は、サンプル中に存在する化合物量の測定プロセスです。サンプル中の分析対象成分のピーク面積または高さを、既知濃度の標準試料中の成分と比較することで定量を行います。各標準試料とサンプルに対して、注入量、検出器感度などのわずかな変動を補正するために一定量の内部標準を追加することもあります。

検量線は、x 軸の濃度に対する、y 軸のピーク面積または高さのプロットです。

定量では、ピーク全体にわたりより多くのデータポイントを生成するため、データ取り込みに SIM モードを使用するのが最善で、最高の精度と真度を示します。定量を行う場合、通常、サンプルの濃度を一括した濃度の標準試料を分析します。その後、ChemStation ソフトウェアを使用して、各分析対象成分の検量線を作成し、サンプル中の各分析対象成分の量を測定します。

## ピークを積分する

積分 - ピーク面積の測定プロセス

クォリファイアイオン - 定量に使用されるイオンが、干渉よりも分析対象成分に起因することを確認するために使用されるイオン

ピーク面積の測定は、定量の基本要素です。干渉を避けるために、トータルイオンクロマトグラムよりも抽出イオンクロマトグラム (EIC) からのピーク面積を使用します。定量には分子イオンの EIC を、そして確認には複数のフラグメントイオンの EIC を使用できます。後者はクォリファイアイオンと呼ばれ、分析対象成分の存在を確認するには、適切な割合で存在する必要があります。

ChemStation ソフトウェアの [ シグナル詳細 ] により、どの抽出イオンシグナルが定量に使用されるか、そして（存在する場合）クォリファイアイオンに使用されるかを指定します。**[ キャリブレーション ]** メニューの [ シグナル詳細 ] にアクセスでき、メソッド内に [ シグナル詳細 ] を保存できます。

ピークが正しく積分されるようにするには、適切な積分パラメータを規定する必要があります。通常、最低濃度の標準試料が積分の最大の難問ですが、これを使用して積分設定を調整するのが最善です。その後、メソッドに積分パラメータを保存して、高濃度標準試料とサンプルに適用します。

以下の異なる方法で、積分パラメータをセットし、ピーク積分を実行します。

- **[ 積分 ]** メニューからの選択

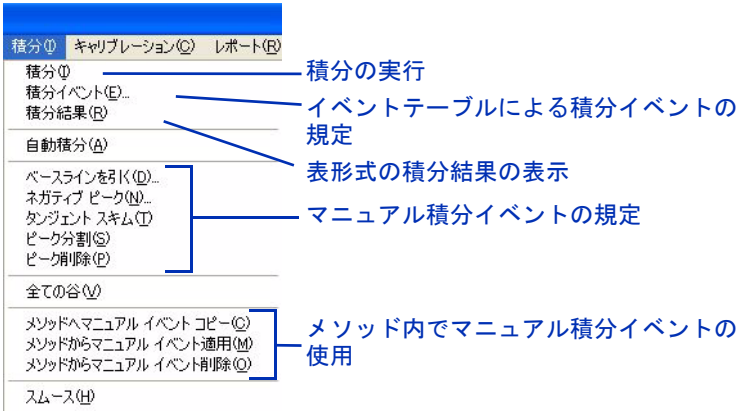



**図 44　　[ 積分 ] メニュー**

- 積分ツールセットの使用

積分ツールは、積分の実行とレポートの作成に役立ちます。積分イベントの定義、自動およびマニュアル積分の実行、ベースライン引き、拡大 / 縮小、レポートスタイルの指定、レポートの表示と印刷などが可能です。

**注記**　**完了したら、メソッドとともに積分設定を必ず保存してください。**

積分コンセプトの詳細情報は、『*Agilent ChemStation: ChemStation の概要*』を参照してください。

# キャリブレーション

検量線は、x 軸の濃度に対する、y 軸のピーク面積または高さのプロットです。

キャリブレーションを行う場合、標準試料からキャリブレーションテーブルにピーク積分値を挿入します。面積レスポンスを使用して、検量線が生成されます。

ChemStation ソフトウェアの標準試料の各濃度は「レベル」と呼ばれます。最低濃度の標準試料を積分した後、レベル 1 としてキャリブレーションテーブルにそれを追加します。次に、2 番目に低濃度の標準試料をレベル 2 として追加するなど、すべての標準試料を追加するまで続けます。

ヒント : メソッドの一部として [ シグナル詳細 ] （**[ キャリブレーション ]** メニューを参照）を保存した場合、各標準試料からの抽出イオンクロマトグラムを自動的に読み込み、積分できます。（図 45 を参照してください。）

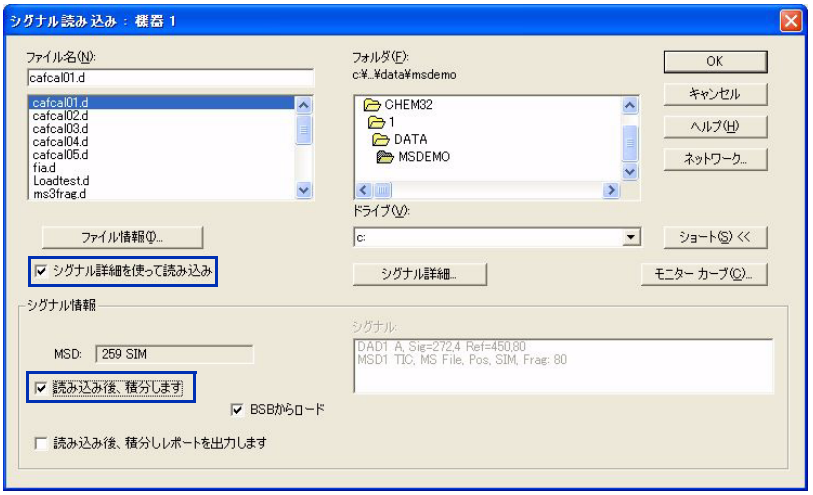



図 45　強調表示した機能により、検量線にレベルを追加するのが簡単になります。

ChemStation ソフトウェアでは、以下の方法でキャリブレーションツールやコマンドにアクセスできます。

- **[ キャリブレーション ]** メニューからの選択

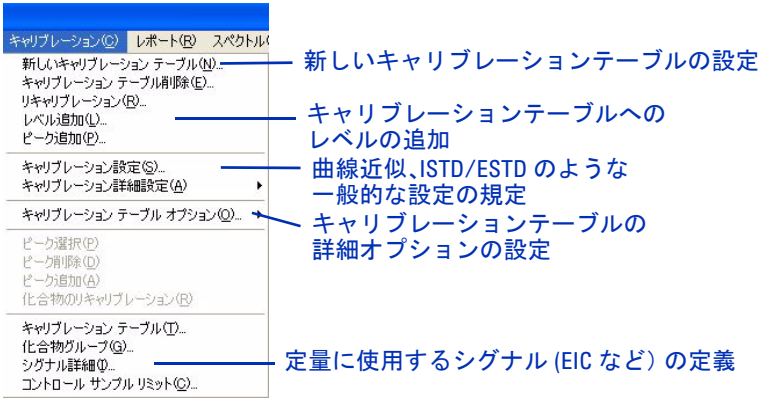



図 46 **[ キャリブレーション ]** メニュー

- キャリブレーションツールセットの使用

キャリブレーションツールには、キャリブレーションタスクを実行し、レポートを作成するための迅速方法が用意されています。新しいキャリブレーションテーブルの作成、テーブルへのレベルとピークの追加、現在のクロマトグラムを用いたリキャリブレーション、その他のキャリブレーションタスクの実行が可能です。レポートスタイルの指定や、レポートの表示と印刷もできます。

**注記** **完了したら、メソッドとともにキャリブレーションテーブルを必ず保存してください。**

キャリブレーションコンセプトの詳細情報は、『*Agilent ChemStation: ChemStation の概要*』を参照してください。

# データ レビューとシーケンス再解析

ChemStation ソフトウェアでは、以下で説明するように、複数のデータファイルを迅速に確認するため、ナビゲーションテーブルおよびバッチレビューという 2 つのオプションが提供されます。

## ナビゲーションテーブル

ナビゲーションテーブルは所定のフォルダからのデータファイルを示し、サンプル間を移動するのに便利な方法が用意されています。データ レビューまたはシーケンスの再解析にこれを使用できます。

図 47　　ナビゲーションテーブル、シーケンス実行のための列を表示

## バッチレビュー

バッチ - 1 つのユーザー定義メソッドを用いて処理されるシーケンスからのユーザー定義データファイル一式

バッチレビューにより、シーケンスを迅速に確認したり、シーケンスから分析を選択したりできます。定量または定性分析のいずれかにバッチレビューを使用できます。シーケンスを実行するごとに、毎回バッチファイル (**.b** の拡張子を持つ) が作成され、データファイルと同じフォルダに保存されます。このバッチファイルには、バッチレビューそれ自体の中にあるデータファイルへのポインタを含んでいます。

**[ バッチ ]** メニューからバッチを読み込みます （図 48）。バッチを読み込む場合、バッチに使用するメソッドを選択したり、必要なデータファイルを個別に選択したりすることができます。

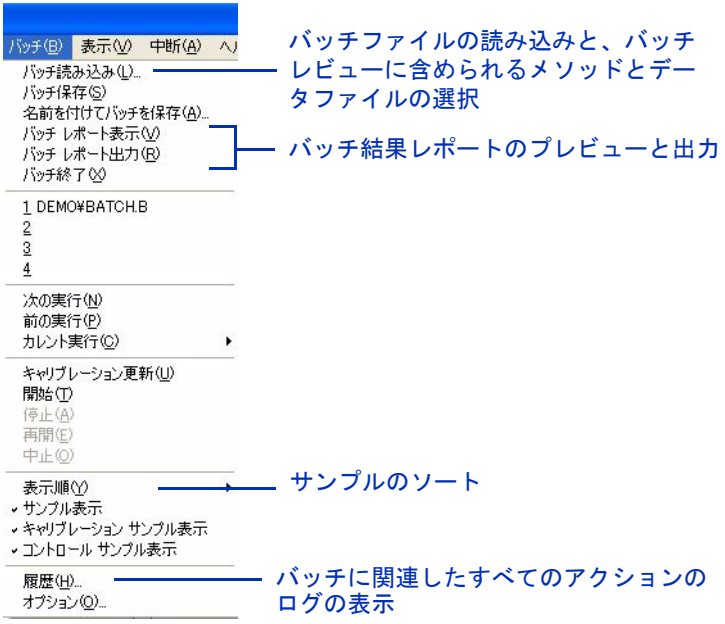



図 48 **[ バッチ ]** メニュー

バッチを読み込むと、バッチレビューツールバー、バッチテーブル、および化合物リストが自動的に表示されます。ヘルプが必要な場合は、ツールバーのクエスチョンマークをクリックします。

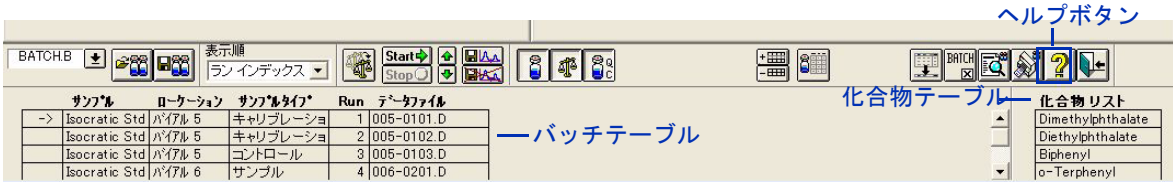



図 49 バッチレビューツールバー、バッチテーブル、化合物リスト

# 5 レポート

定義済みレポートを使用する 94
レポートを作成する 94
レポートスタイル 95
カスタムレポートを定義する 96
プロセスのサマリ 96
レポートテンプレート例 96
レポートレイアウトビュー 97

この章では、結果のレポートを作成するのに役立つコンセプトを学習します。

レポートに関連するコンセプトの詳細は、以下の 2 つのマニュアルを参照してください。

- *Agilent ChemStation: ChemStation の概要*
- *LC 3D システム用 Agilent ChemStation: スペクトルモジュールの概要*

ダイアログボックスやツールボックスについての詳細なタスク関連情報と仕様に関しては、オンラインヘルプを参照してください。ツールバーのすべてのボタンの説明は、オンラインヘルプで **[ ユーザーインタフェースリファレンス ]** をダブルクリックした後、**[ ツールバー ]** をダブルクリックします。

# 定義済みレポートを使用する

レポートは、分析したサンプルについての定性または定量情報を提供します。レポートの印刷、コンピュータ画面での表示、またはファイルへの出力ができます。ChemStation ソフトウェアには多くの定義済みレポートスタイルが含まれており、カスタムレポートとして新しいスタイルを作成できます。

## レポートを作成する

### [ データ解析 ] ビューでレポートを生成する方法

- **[ レポート ]** メニューからの選択

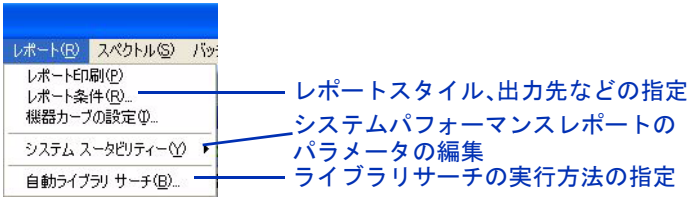
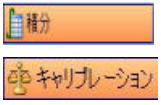



図 50　　**[ レポート ]** メニューには、レポートの印刷やレポートのプロパティ設定を行う方法が用意されています。

- ナビゲーションツールセットやキャリブレーションツールセットのレポートツールを使用する。右記のボタンの 1 つをクリックしてこれらのツールセットにアクセスします。



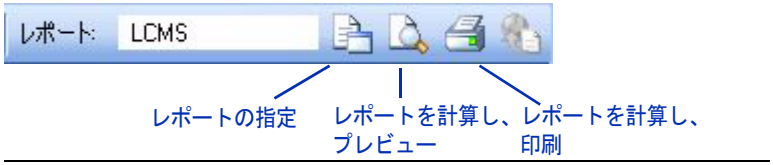




図 51　　レポートで機能するツール

### システムスータビリティレポート

**[ レポート ]** メニューの **[ システムスータビリティ ]** により、分析前や分析中に、システムのパフォーマンスを確認できます。このレポートスタイルでは、キャリブレーションされたピークのリテンションタイムの上下限、ピーク高さ、ピーク幅、理論段数、分解能、ライブラリマッチ、ピーク純度、その他のプロパティなどを設定できます。**[ パフォーマンス ]** レポートスタイルの 1 つを選択した場合、レポートには、いずれかのパラメータがリミット値を外れた場合、それを示します。

**注記** **完了したら、メソッドとともにレポートパラメータを必ず保存してください。**

## レポートスタイル

ChemStation ソフトウェアには幅広いレポートスタイルが用意されています。それらの大部分は、以下の 2 つのマニュアルのうちの 1 つで説明されています。

- *Agilent ChemStation: ChemStation の概要*
- *LC 3D システム用 Agilent ChemStation: スペクトルモジュールの概要*

2 つのレポートスタイルは LC/MS に特有で、上記のマニュアルでは説明されていません。

- LC/MS - 内容 :
  - データファイルからのヘッダー情報
  - トータルイオンクロマトグラム ( オプション)
  - 積分された各ピークの表形式と図式のスペクトル
  - デコンボリューション結果 ( オプションの Agilent LC/MSD デコンボリューションおよび生物分析ソフトウェアがあれば使用可能)
- LC/MS 定性 - 内容 :
  - データファイルからのヘッダー情報
  - トータルイオンクロマトグラム ( オプション)
  - 積分された各ピークの抽出イオンクロマトグラムとスペクトル

# カスタムレポートを定義する

ChemStation ソフトウェアには、テキスト、クロマトグラム、テーブル、会社ロゴなどのカスタム要素などを含めることができるカスタムレポートレイアウトを設定する機能が用意されています。テキストは、サンプル名、オペレータ、データファイル名などのユーザー定義テキストや ChemStation 内で保存された情報になります。

## プロセスのサマリ

カスタムレポートを作成し、使用するプロセス全体は以下のとおりです。

1 図 97 で説明される [ レポートレイアウト ] ビューを用いて、カスタムレポートレイアウトを作成します。
2 レポートテンプレートとして、カスタムレイアウトを保存します。
3 データファイルを読み込み、レポートを作成することで、レポートテンプレートをテストします。
4 使用可能なレポートスタイルのリストに、レポートテンプレートを追加します。
5 メソッドに新しいレポートスタイルを追加し、メソッドを保存します。

詳細は、オンラインヘルプの **[ChemStation チュートリアル ]** セクション内の **[ レポートレイアウトチュートリアル ]** を参照してください。

## レポートテンプレート例

ChemStation ソフトウェアにはレポートのレイアウト例が含まれています。それらは、**chem32\repstyle** フォルダ内にあります。これらのレイアウトの説明は、『*Agilent 6100 シリーズ四重極 LC/MS システムクイックスタートガイド*』を参照してください。

# レポートレイアウトビュー

図 52 に示した [ レポートレイアウト ] ビューには、カスタムレポートのテンプレートを作成するために必要なメニューとツールが用意されています。

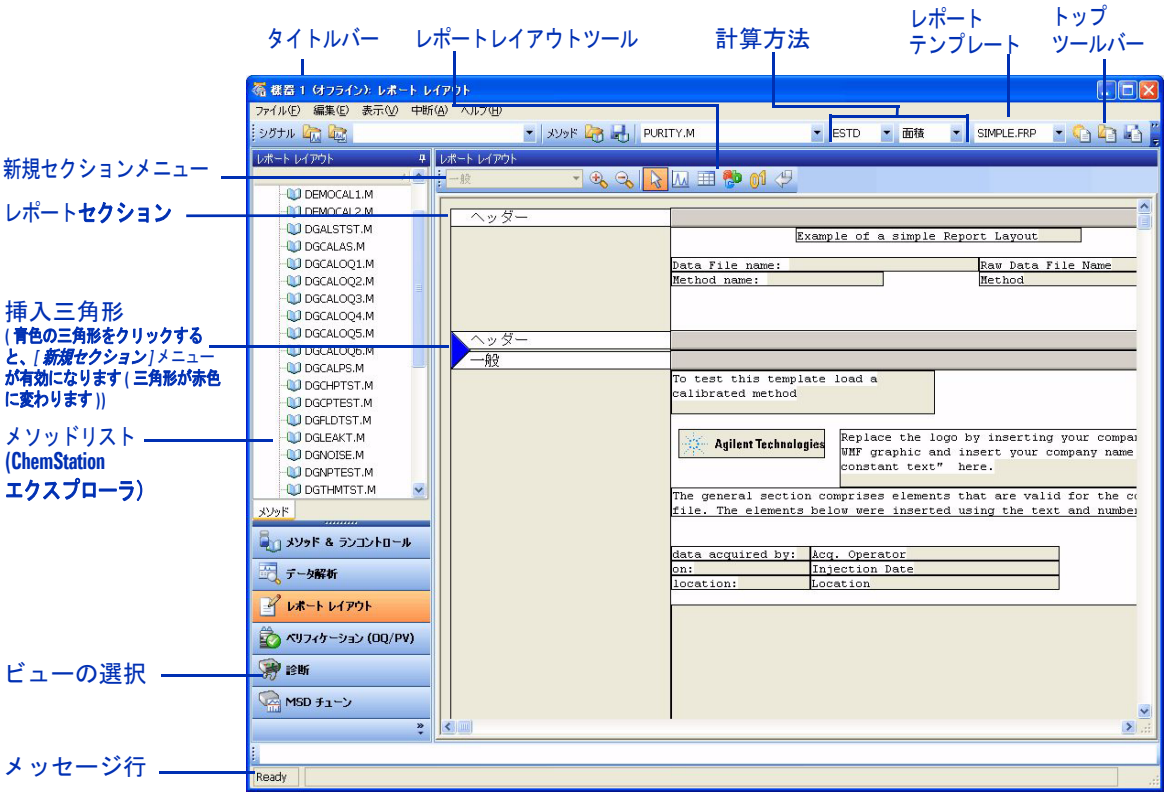



図 52　レポートレイアウトビューには、カスタムレポートを設定するグラフィックインタフェースが用意されています。

図 53 のファイルメニューには、レポートテンプレートを開始し、開き、保存する機能が用意されています。トップツールバーからも、この機能にアクセスできます。( 図 52 を参照してください。) 新しいセクションを追加した後、図 52 のレポートレイアウトツールを使用して、テキスト、クロマトグラム、テーブルを追加できます。

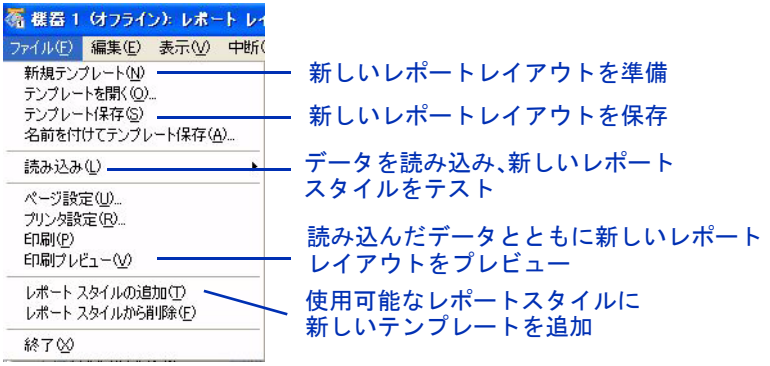



図 53　　レポートレイアウトビュー内の [ **ファイル** ] メニュー

# 6
# 性能確認

ベリフィケーション (OQ/PV) ビュー　100
機器ベリフィケーション　101
　機器ベリフィケーションの設定と実行　102
　利用可能な OQ/PV テスト　104
　ベリフィケーションログブック　105
システムベリフィケーション　106
　概要　106
　システムベリフィケーションの設定と実行　107

この章では、システム中のハードウェアとソフトウェアの性能を確認するのに役立つコンセプトを学習します。ChemStation ソフトウェアには、システムが正しく機能していることを確認するのに役立つテストと分析メソッドが含まれます。この章では、その機能の概要を示します。

# ベリフィケーション (OQ/PV) ビュー

運転時適格性評価 / 性能評価 (OQ/PV) により、定義済み性能基準を満たすシステムの能力を確認し、記録します。ラボ固有のニーズに従い、合格基準を設定します。一般的に、OQ/PV 作業では、いくつかのシステムテストを実行し、結果の報告して、システムが合格基準を満たすかを記録します。図 54 に示した [ ベリフィケーション ] ビューにより、あなたかアジレントのサービスエンジニアが OQ/PV を遂行できます。

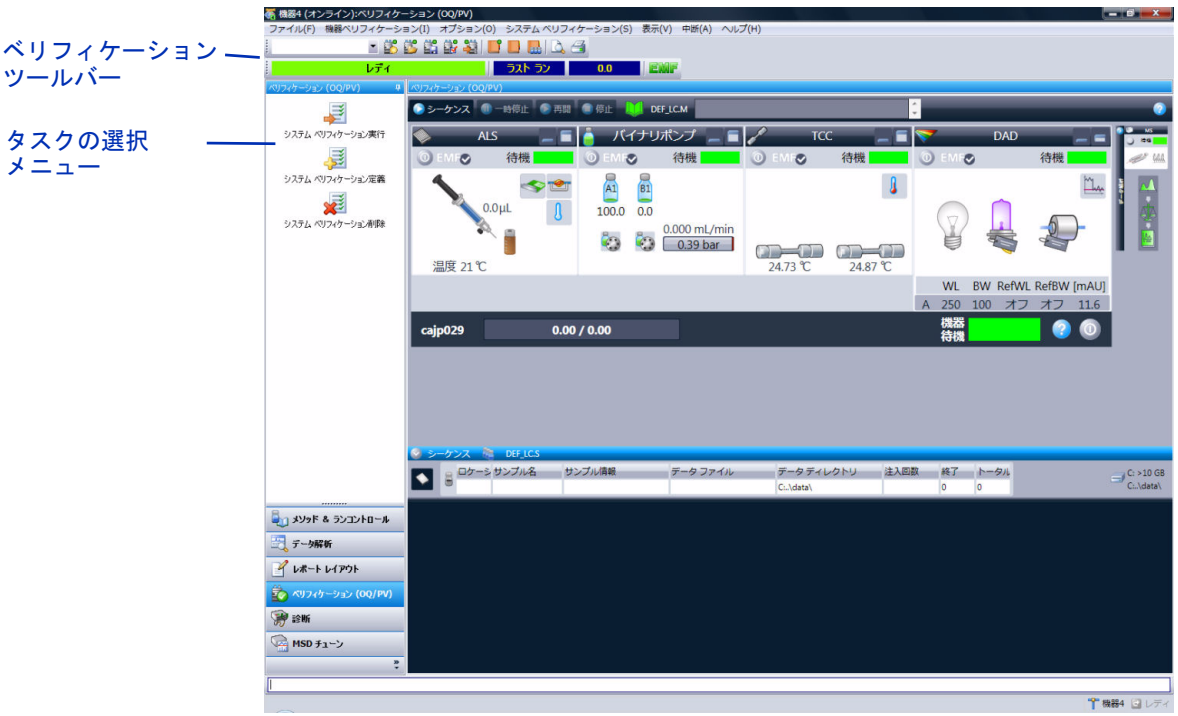



図 54　ベリフィケーションビューによりシステム性能を確認できます

GLP や GMP などの規制や、ISO 9000 などの品質または認定基準を満足する必要がある場合は、大規模なメンテナンス後、またはもっと頻繁に OQ/PV を行う必要があります。

# 機器ベリフィケーション

LC/MS システムの性能をテストするために、機器ベリフィケーションテストが使用されます。LC システム全体の適格性確認を行うには、一連のテストを行う必要があります。特定のテストは、どの LC モジュールを設定したかに依存します。テストには以下の内容が含まれます。

- インジェクタのキャリーオーバ、直線性、再現性
- ポンプのグラジェント性能
- カラムコンパートメントの温度真度と精度
- UV 検出器のノイズ、ドリフト、直線性、波長真度
- MS 検出器の直線性
- 必要に応じてその他

ChemStation を使用して、どのテストを実行するかと、それぞれの合格基準を定義します。アジレントまたはご自身のラボから適切な標準試料を入手し、ソフトウェアで指定されたとおりに、オートサンプラにバイアルをセットします。次に、ChemStation によりテストを実行し、実際の結果を指定した合格基準と比較したレポートを計算し、印刷します。各レポートには、合格 / 不合格の表記が記載されます。

# 機器ベリフィケーションの設定と実行

機器ベリフィケーションは、以下の方法で設定および実行できます。

- **[ ファイル ] > [ 新規作成 ]** または **[ ファイル ] > [ 開く ]** を選択して図 56 に示すダイアログボックスを表示します。

  (**[ ファイル ] > [ 新規作成 ]** を用いて最初の機器ベリフィケーションを設定するまで、**[ ファイル ] > [ 開く ]** を用いて開くファイルはありません。)

- 図 55 のようなベリフィケーションツールバーの使用

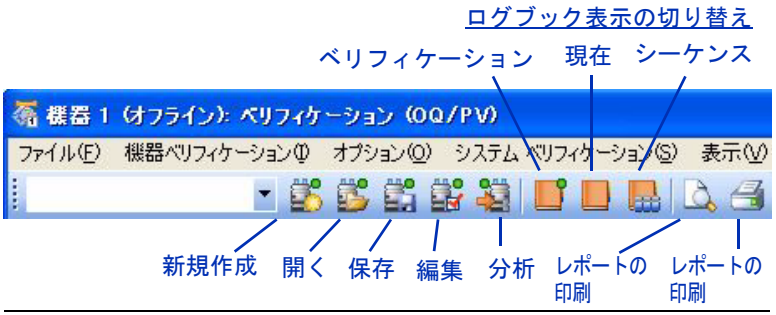



図 55　　機器ベリフィケーションで機能するツール

新しい機器ベリフィケーションを設定か、既存の機器ベリフィケーションを開くか、現在の機器ベリフィケーションを編集する場合、図 56 のような [ 機器ベリフィケーションの編集 ] ダイアログボックスが表示されます。

図 56　機器ベリフィケーションの編集ダイアログボックスにより、特定のテストとその順序を決定できます

図 56 の **[ 設定 ]** ボタンは非常に重要です。スケジュール済みのテストをクリックして **[ 設定 ]** をクリックすると、そのテスト固有のダイアログボックスが表示されます。ダイアログボックス内で、以下の操作を行うことができます。

- テストに対して固有の条件の設定 ( どの検出器またはフローチャンネルをテストするかなど)
- テストに対する合格基準の規定
- **[ ヘルプ ]** ボタンをクリックして以下の内容を入手
  - テストに関する一般情報
  - 必要な標準試料や移動相などの固有のテスト条件

# 利用可能な OQ/PV テスト

ChemStation ソフトウェアには幅広いベリフィケーションテストが組み込まれています。そのテストの一部は以下のとおりです。

- 流量真度と精度
- 注入精度とキャリーオーバ
- レスポンスの直線性

図 57 に示した [ オプション ] メニューにより、所定の時期に使用できるテストの固有の組み合わせを決定します。

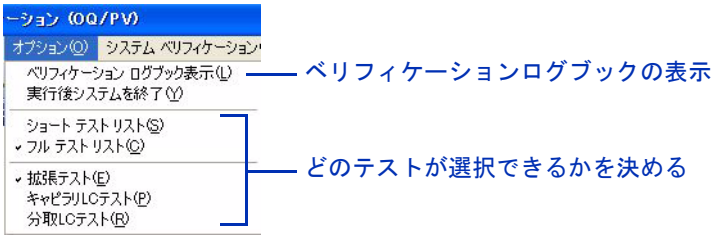



図 57　これらのオプションは、機器ベリフィケーション向けに選択できるテストのタイプをコントロールします。

オンラインヘルプには、使用可能なテストの完全なリストが、各テストの説明とともに記載されます。この情報にアクセスするには、以下の手順に従います。

1 オンラインヘルプを開きます。
2 左のツリービュー内の [ コンテンツ ] タブの **[ ユーザーインターフェースリファレンス ]** をダブルクリックします。
3 **[ メニュー構造 ]** をダブルクリックします。
4 **[ ベリフィケーション (OQ/PV)]** をダブルクリックします。
5 **[ オプション ]** をクリックします。
6 左のウィンドウで、**[ 拡張テスト一式 ]**、**[ キャピラリテスト一式 ]**、または **[ 分取テスト一式 ]** のリンクをクリックします。
7 いずれかのテストをクリックし、詳細を表示します。

# ベリフィケーションログブック

ベリフィケーションログブックは、機器ベリフィケーションに関連するすべてのイベントを記録します。これには、すべてのイベントを、発生日時とともに記載したテーブルが含まれます。**[ 機器ベリフィケーション ]** メニューには、このログブックに注釈を追加する機会が用意されています。

図 55 と図 57 のように、[ ベリフィケーション ] ツールバーまたは [ オプション ] メニューのいずれかから、ベリフィケーションログブックを開くことが可能です。

# システムベリフィケーション

## 概要

システムベリフィケーションテストによって、ChemStation ソフトウェアを、正しく一貫性を持って操作できます。これは、特定のメソッドに従ってデータファイルを再解析して、その結果を、定義済みの基準との比較を実行します。ベリフィケーションテストは、積分と定量の結果の完全性を保証するのに、特に重要です。標準 Agilent ベリフィケーションテストを使用するか、別のメソッドとデータファイルを使用して自身のテストを定義するかのいずれかを選択できます。Agilent ベリフィケーションテストは保護されたファイルなので、ChemStation ソフトウェア以外からの変更や削除はできません。

システムに Agilent 1100/1200 シリーズのダイオードアレイ検出器が備えられている場合には、システムベリフィケーションテストによって、検出器のエレクトロニクスをテストできます。

# システムベリフィケーションの設定と実行

[ システムベリフィケーション ] メニューから、または以下に示すシステムベリフィケーションタスクの選択画面からこの機能にアクセスしてシステムベリフィケーションを実行できます。

図 58　　システムベリフィケーションタスクの選択画面

**[ テスト定義 ]** 機能を使用して、独自のベリフィケーションテストを定義します。保護されたレジスタに保存されるデータファイルとメソッドファイルの両方を指定します。テストを実行すると、ソフトウェアによって、テストメソッドを用いてデータが解析され、結果がオリジナルの結果と比較され、結果が **[ 合格 ]** または **[ 不合格 ]** のいずれかで指定されます。

# 6 性能確認
## システムベリフィケーションの設定と実行

# 7 メンテナンスとトラブルシューティング

[ 診断 ] ビュー 110
概要 110
機器パネル 111
ログブック 113
メンテナンス 114
アーリーメンテナンスフィードバック 114
メンテナンスログブック 115
メンテナンス作業 115
MS のベントと真空排気 116
問題の診断と解決 117
現象と原因 117
MS の診断テスト 118
問題を解決する 118

この章では、ご使用の Agilent 6100 シリーズ LC/MS システムを保守およびトラブルシューティングするのに役立つコンセプトを学習します。ChemStation ソフトウェア内の [ 診断 ] ビューには、メンテナンスとトラブルシューティング両方のためのソフトウェアツールが含まれます。

# [ 診断 ] ビュー

## 概要

[ 診断 ] ビューには以下の操作を行う機能が用意されています。

- システムの問題の考えられる原因の学習
- 診断テストの実行
- MS の真空排気とベント
- 問題が起こる前にメンテナンスを実行できるように、アーリーメンテナンスフィードバックの入手
- メンテナンスログブックにメンテナンスの記録
- シリアル番号、ファームウェアリビジョン、操作時間などのシステム中のモジュールの詳細入手

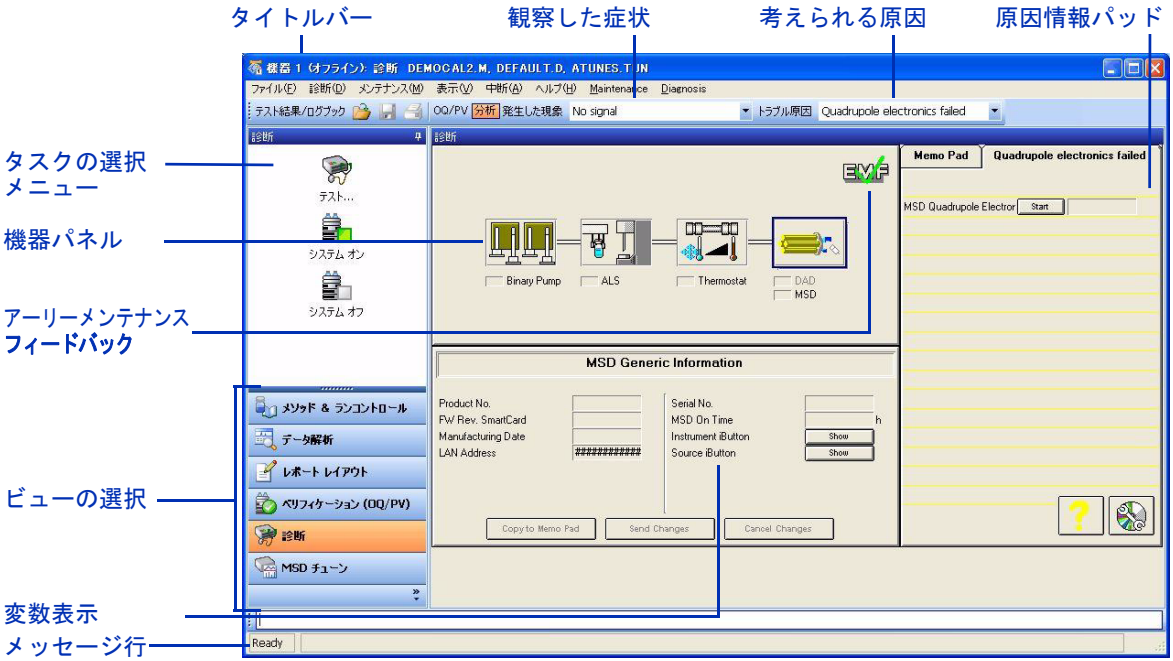



図 59 [ 診断 ] ビューは、システムのトラブルシューティングやメンテナンスを行うのに役立ちます

# 機器パネル

## 最上位表示

[ 診断 ] ビューの中心にある機器パネルには、システム内のすべてのモジュールが表示されます。(図 60 を参照してください。) 各モジュールをクリックして、以下の操作を行うことができるメニューを表示できます。

- **変数表示の更新** - シリアル番号、ファームウェアリビジョン、LAN アドレスなどのモジュール情報を、機器パネルのすぐ下のスペースに表示します。
- **モジュールの詳細表示** - 112 ページの図 61 のようなモジュールの詳細図を表示します。
- **モジュールテストの表示** - 118 ページの図 65 のような、そのモジュールの診断テストのリストを表示します。

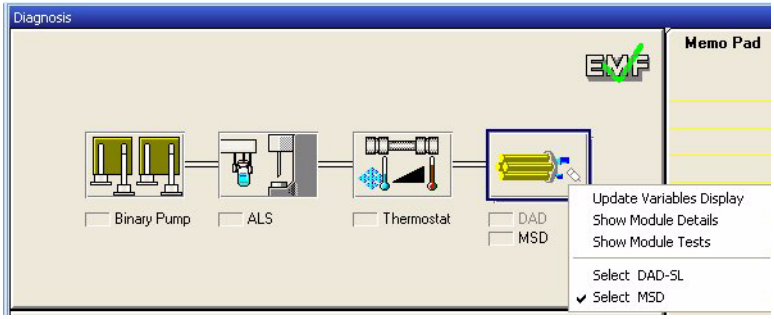



図 60　機器パネル - 最上位表示

## モジュールの詳細

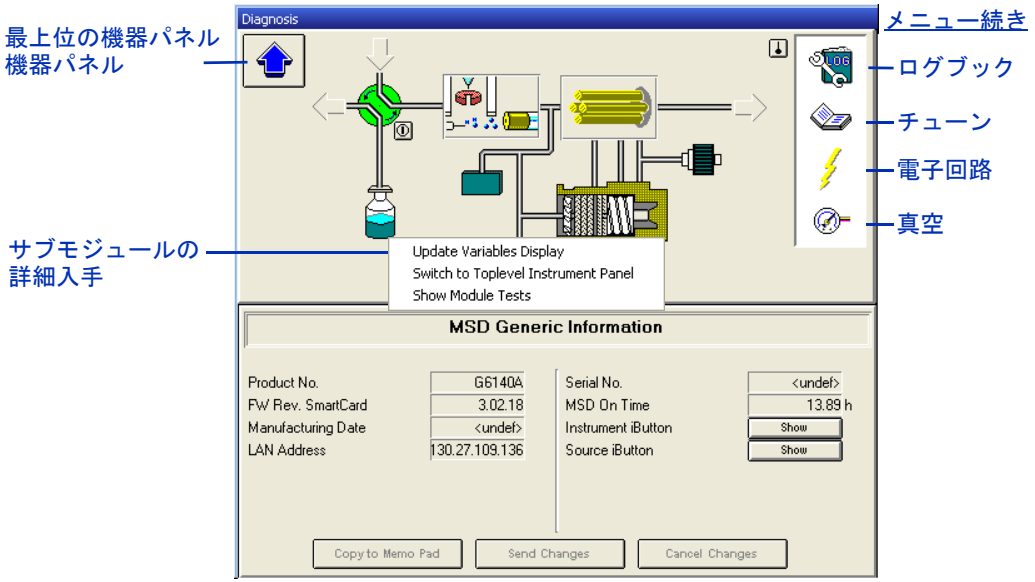



図 61　　機器パネル - MS のモジュールの詳細

図 61 の図上でマウスを動かした際に、カーソルがポインターから手に変わるとすぐ、クリックしてサブモジュールの詳細にアクセスするメニューを表示できます。たとえば、ターボ分子ポンプのアイコンをクリックすると、真空測定値を表示したり、四重極のアイコンをクリックしたりすると、その温度を表示できます。右の白色領域にあるアイコンをクリックしても、それらのメニューを表示できます。

# ログブック

[ 診断 ] ビューから、トラブルシューティングやメンテナンスに役立つ多くのログブックにアクセスできます。

- エラーログブック - モジュールの最近のエラーを表示
- 分析ログブック - 最新の分析の開始時間と終了時間を表示
- メンテナンスログブック - 最新のメンテナンスイベントを表示 このログブックの詳細は、115 ページの「メンテナンスログブック」を参照してください。
- データ変更ログブック - データ変更を表示

以下のいくつかの方法で、これらのログブックにアクセスできます。

- **[ ファイル ]** メニュー (**[ ファイル ] > [ 開く ] > [ ログブック ]**)
- 112 ページの図 61 のような **[ ログブック ]** アイコン （アイコンをクリックし、**[ 変数表示の更新 ]** を選択します）
- トップツールバーの **[ 開く ]** アイコン

# メンテナンス

LC/MS システムを適切にメンテナンスすることで、分析品質の確保に役立ち、費用のかかる故障や予期せぬ休止時間を避けます。ChemStation ソフトウェアには、定期的なメンテナンスプログラムを支援する機能が含まれています。

## アーリーメンテナンスフィードバック

アーリーメンテナンスフィードバック (EMF) は、問題が発生するのを防ぐのに必要なメンテナンスの警告を出します。ソフトウェアにより、過去の経験を用いて、各タイプのメンテナンスが必要になる時期を予測できます。[ 診断 ] ビュー内で、メンテナンス間隔のリミット値を入力できます。

メンテナンスリミット値に到達した場合、[ メソッド & ランコントロール ] と [ 診断 ] ビューの両方で、緑色の EMF チェックマークが黄色のクエスチョンマークに変わります。その時点で、[ 診断 ] ビューの EMF アイコンをクリックして、EMF 情報パッドのリミット値を表示し、どのモジュールにサービスが必要かを調べることが可能です。そのモジュールのリミット値は黄色で強調表示されます。

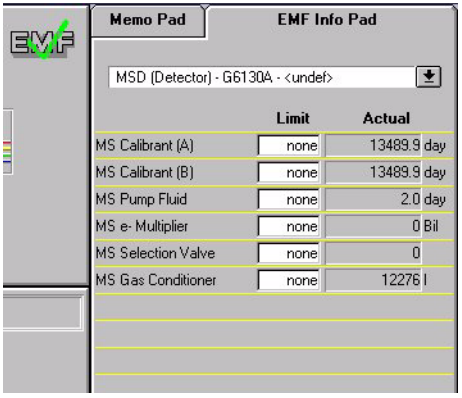



図 62　EMF 情報パッド

# メンテナンスログブック

メンテナンス記録は、システムを優れた状態に保つのに役立ち、複数のオペレータがいる場合に特に重要です。ChemStation メンテナンスログブックには、LC モジュールまたは MS で行うメンテナンスを記録するのに便利な場所が用意されています。

112 ページの図 61 に示した **[ ログブック ]** アイコンにより、メンテナンスログブックにアクセスします。（アイコンをクリックし、**[ メンテナンスログブックエントリ ]** を選択します。）次に、ChemStation ソフトウェアを使用して情報を手動で入力します。

コンピュータディスクに保存されるのではなく、メンテナンスログブックは LC または MS モジュール内のメモリに保存されます。そうすれば、モジュールを別のシステムに移動する場合、メンテナンス記録はモジュールとともに移動します。

# メンテナンス作業

メンテナンスを行う必要がある場合、『*Agilent 6100 シリーズシングル四重極 LC/MS システムメンテナンスガイド*』または LC モジュールのマニュアルで、一般的な作業の説明を調べることが可能です。

[ 診断 ] ビューの **[ メンテナンス ]** メニューから、DAD 検出器の波長キャリブレーションなどの一部のメンテナンス作業を実施できます。

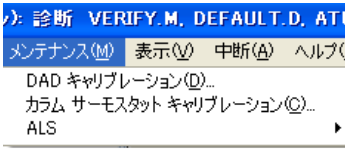



図 63　**[ メンテナンス ]** メニューには、MS と LC モジュールのソフトウェアによるメンテナンスタスクが含まれます。

# MS のベントと真空排気

## ベント

真空システム内にある MS コンポーネントのメンテナンスを行う必要があることもよくあります。上記のメンテナンス例には、電子増倍管 (EM) の交換やイオン光学系のクリーニングが含まれます。これらのコンポーネントのメンテナンスを行う前に、MS をベントする必要があります。ベントにより、管理された方法で真空を解除します。

[ 診断 ] ビュー内の **[ メンテナンス ]** メニューを使用し、ベントを開始します。(115 ページの図 63 を参照してください。) ソフトウェアにより、機器を安全にベントする一連の手順を実行します。ダイアログボックスにより、ベントの進捗状況を表示し、必要に応じて作業を逆転できます。

**注意**

**MS の電源ボタンを切ることで、機器をベントしないでください。そうすると、ターボ分子ポンプの過剰な摩耗を引き起こすことになります**

## 真空排気

メンテナンス完了後、システムを真空排気します。真空排気する場合、正しい順番で真空ポンプの電源を入れ、システムを安全に真空にします。真空排気するには、MS 電源スイッチを入れるだけで、イベントの正しいシーケンスを開始します。**[ メンテナンス ]** メニューからアクセスするダイアログボックスから、真空排気プロセスのモニタリングや逆転できます。

## ベントと真空排気の頻度

*MS をスタンバイモードにする詳細は、『Agilent 6100 シリーズ四重極 LC/MS システムクイックスタートガイド』の「基本機能」のセクションを参照してください。*

通常、使用しない場合にも、MS は真空のままにしておく必要があります。ベントと真空排気を繰り返すと、ターボ分子ポンプに不必要な摩耗を引き起こします。システムを真空に保つ場合、高感度分析に必要なレベルの清浄度を維持します。一時期、MS を使用する予定がない場合、ベントするよりも、スタンバイモードのままにしておきます。

# 問題の診断と解決

## 現象と原因

図 64 には、段階的な方法で機器の問題をトラブルシューティングするのに役立つソフトウェアのコンポーネントを示します。

1 不合格した OQ/PV テストの **[OQ/PV]** または分析中に観察した現象の **[ 分析 ]** のいずれかをクリックします。

2 具体的な現象を選択します。

3 考えられる原因のリストが表示されます。原因の 1 つを選択します。

4 メモパッドには、機器データと、その現象を引き起こすことを確認または反証するために実行できるテストが表示されます。**[ 開始 ]** をクリックし、テストのダイアログボックスを表示します。

5 **[ 開始 ]** をクリックしてテストを開始するか、**[ 説明 ]** をクリックしてテストの詳細説明を表示します。

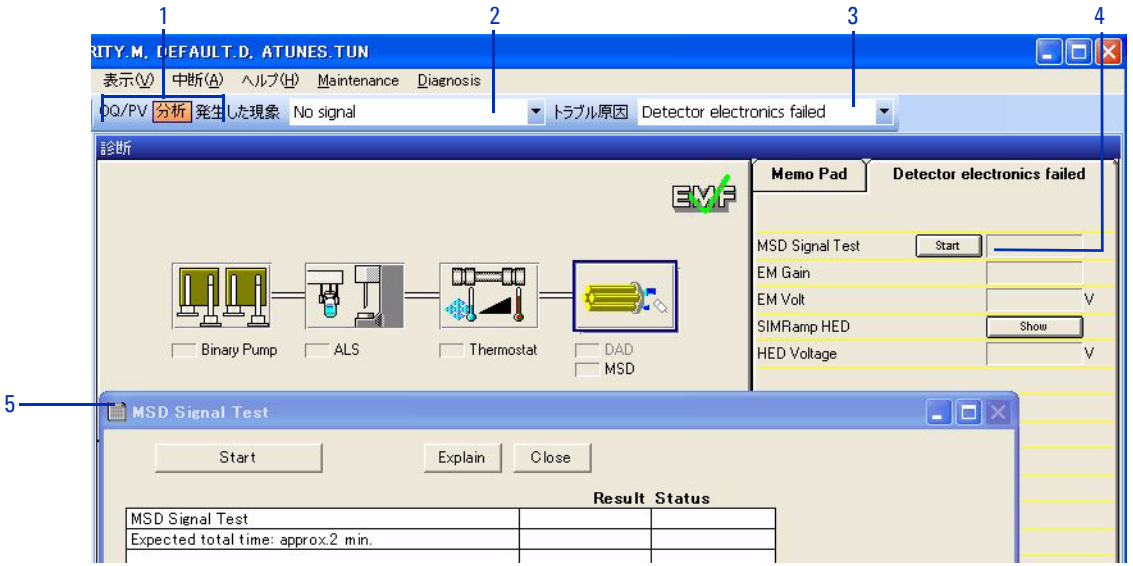



図 64 機器の問題の根本的原因を発見するプロセスの概要

# MS の診断テスト

システムの各モジュールにアクセスできる事前にプログラムされた診断テストが、多くあります。機器パネルのモジュールアイコンをクリックしたり、**[ モジュールテストの表示 ]** を選択することで、各モジュールのリスト全体を表示できます。図 65 に MS のテストを示します。

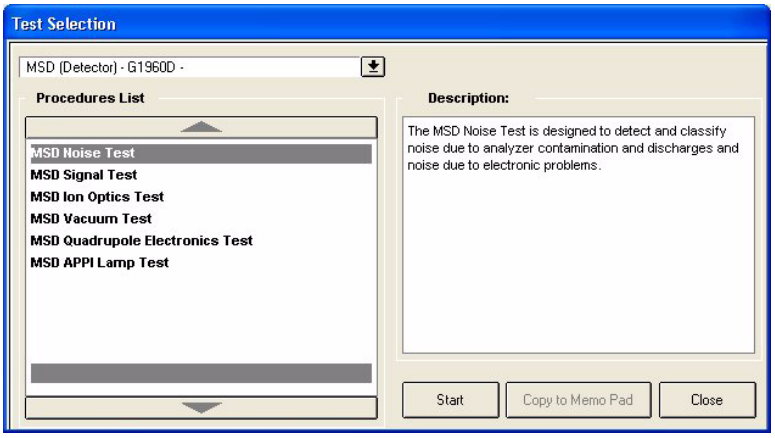



図 65　　MS の診断テスト

# 問題を解決する

問題を診断し、それを解決する必要がある場合、『*Agilent 6100 シリーズシングル四重極 LC/MS システムメンテナンスガイド*』で一般的な作業の説明を見つけることができます。さらに重大な問題では、アジレントのカストマエンジニアに電話で修理依頼をする必要がある場合があります。

www.agilent.com

## 本書では

*コンセプトガイド*では、Agilent 6100 シリーズ 四重極 LC/MS システムの概要を示し、ハードウェアとソフトウェアがどのように機能するかを理解する手助けをします。

© Agilent Technologies, Inc. 2009

印刷場所 : USA
第 2 版、2009 年 8 月

G1960-96052

Agilent Technologies